

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique
Ecole National Polytechnique



Département de Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention de
Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Etude de la corrosion résiduelle sous contrainte thermique
d'une soudure en acier inoxydable duplex 2205 dans une
solution NaCl.Na₂S

Proposé et dirigé par :

Mr. K. ABADLI

Etudié par :

Mr.HARROUZ MAHFOUD

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحديد سلوك لحام من الفولاذ duplex الغير قابل للصدأ 2205 - austéno ferritique في ظروف التآكل تحت ضغوط. نحن مهتمون بآثار القيود الحرارية الناجمة عن عدد من دورات و درجات الحرارة في 1050°م و 1200°م على مقاومة الاتجاه للحام الصلب 2205 في الإنشقاق في محلول تآكل من NaCl.Na₂S. في عملنا، كنا قادرين على تمييز التغيرات الميكروبنوية لكل طور في ثلاث مناطق من ولد ولا سيما المورفولوجية التابعة بدورها في ZF و ZAT. دراسة التشققات بدراسة سلوك في التآكل تحت القيود المتبقية على للحام الصلب 2205.

كلمات رئيسية : الفولاذ duplex الغير قابل للصدأ ، لحام ، ferrite ، austénite ، التآكل في ظروف تحت ضغوط ، دورات ، القيود الحرارية ، تشققات.

Résumé

L'objet de cette étude est de déterminer le comportement d'une soudure en acier inoxydable austéno-ferritique duplex de nuance 2205 dans des conditions de corrosion sous contraintes . Nous nous sommes intéressés aux effets des contraintes thermiques engendrées par le nombre de cycles de trempe aux températures 1050°C et 1200°C sur la résistance de la soudure en acier duplex 2205 à la fissuration dans un environnement corrosif de solution de NaCl.Na₂S à 170°C. Au terme de notre travail, nous avons pu caractériser l'état microstructural des deux phases austénite et ferrite dans les trois zones de la soudure en particulier le changement morphologique dans la ZAT et la ZF. L'examen des fissures formées nous a permis d'étudier le comportement en corrosion sous contrainte résiduelle d'une soudure en acier duplex 2205.

Mots clés : Acier inoxydable duplex, soudure, ferrite, austénite, corrosion sous contrainte résiduelle, cycles de chocs thermiques, fissures.

Abstract :

The aim of this study is to determine the behavior of a welded duplex austeno-ferritic stainless steel of nuance 2205 in conditions of corrosion under stress. We were interested in the effects of the thermal constraints engendered by the number of cycles of aging in the temperatures 1050°C and 1200°C on the resistance of a weld of duplex steel 2205 in the fissuring in a corrosive environment of solution of NaCl. Na₂S in 170°C. In the term of our work, we were able to characterize the microstructural state of both phases austénite and ferrite in three zones of the weld in particular the morphological change in the ZAT and the ZF. The examination of the formed cracks allowed us to study the behavior in corrosion under residual constraint of a welded 2205 duplex steel.

Key words: Duplex stainless steel, weld, ferrite, austenite, residual corrosion under stress, cycles of thermal crack, cracks.

Remerciements

Avant toute chose, je tiens à exprimer ma gratitude et ma profonde reconnaissance à ma famille.

Au terme de ce travail, je tiens à remercier mon encadreur Mr.ABADLI Kamel pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour ses conseils et son aide précieuse ;

Je tiens à remercier Pr DJEGHLAL pour m'avoir honoré en acceptant de présider le jury, Pr SALHI et Pr YOUSFI d'avoir accepté de juger mon travail ;

Je tiens à remercier Me Hania, Mr.Djeraf

Je n'oublie pas de remercier les enseignants du département de

Métallurgie à l'école nationale polytechnique pour m'avoir offert, ainsi qu'à tous mes camarades de la promotion, une bonne formation au bout des années de la graduation;

Finalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au déroulement ce cet humble travail.

LISTE DES FIGURES

1. Métallographie et soudabilité des aciers inoxydables duplex

Figure 1.1 : Etapes de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205.....	3
Figure 1.2 : Microstructure type d'un acier duplex laminé.....	5
Figure 1.3 : Courbes TTT des nuances austéno-ferritiques.....	7
Figure 1.4 : Micrographie électronique de carbure de chrome.....	7
Figure 1.5 : Micrographie électronique de la phase sigma.....	9
Figure 1.6 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr à des températures.....	10
Figure 1.7 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique.....	16

2. Corrosion sous contrainte des aciers inoxydables

Figure 2.1 - Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide Sulfurique.....	17
Figure 2.2 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte.....	19
Figure 2.3 - Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC.....	20
Figure 2.4 - Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome.....	23
Figure 2.5 . Phase de propagation intergranulaire et transgranulaire des fissures dans l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20%.....	26

3. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Figure 3.1 : Micrographie optique du métal de base.....	28
Figure 3.2 : Position relative de l'acier à étudier dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.....	30
Figure 3.3 : Schéma représente exemple le cycle de choc thermique à 1050°C.....	31
Figure 3.4 Schéma montrant la forme découpée des échantillons.....	31
Figure 3.5 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.....	32

Figure 3. 6 -Microscope trinoculaireeuromax.....	33
Figure 3.7 : Machine de microduretévikers HM-100.....	34
Figure 3.8 : Les positions des empreintes dans la zone ZF et ZAT.....	34
Figure 3.9 : voltamètrevoltalab.....	35
Figure 3.10 Les paramètres de la polarisation.....	36

4.RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Figure 4.1 : Micrographie optique du métal de base G x 200.....	38
Figure 4.2 : Structure de la zone affectée thermiquement.	38
Figure 4.3 : Structure de la zone fondue G x 200.....	39
Figure 4.4 : Le MB pour 10 cycles.G x 200.....	40
Figure 4.5 : Le MB pour 30 cycles.G x 200.....	40
Figure 4.6 : Le MB pour 50 cycles. G x 200.....	40
Figure 4.7 : La ZAT pour 10 cycles.G x200.....	41
Figure 4.8 : La ZAT pour 30 cycles. G x 200.....	41
Figure 4.9 : La ZAT pour 50 cycles. G x 200.....	41
Figure 4.10 : La ZF pour 10 cycles. Gx200.....	42
Figure 4.11 : La ZF pour 30 cycles.Gx200.....	42
Figure 4.12 : La ZF pour 50 cycles.Gx200.....	43
Figure 4.13 : La MB après 10 cycle à 1200°C.....	43
Figure 4.14 : La MB après 30 cycle à 1200°C.....	44
Figure 4.15 :La MB après 50 cycle à1200°C.....	44
Figure 4.16 : La ZAT après 10 cycle à 1200°C.....	44
Figure 4.17 : La ZAT après 30 cycles à 1200°C.....	45
Figure 4.18 : La ZAT après 50 cycles à 1200°C.....	45
Figure 4.19 : La ZF après 10 cycles.....	45
Figure 4.20 : La ZF après 30 cycles.....	46
Figure 4.21 : La ZF après 50 cycles.....	46
Figure 4.22 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1050°C.....	47
Figure 4.23 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1200°C.....	48
Figure 4.24 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1050°C.....	48
Figure 4.25 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1200°C.....	49
Figure 4.26 : Comparaison des courbes de Tafel à 10 cycles de chocs thermiques.....	50
Figure 4.27 : Comparaison des courbes de Tafel à 30 cycles de chocs thermiques.....	50
Figure 4.28 : Comparaison des courbes de Tafel à 50 cycles de chocs thermiques.....	51
Figure 4.29 : Fissures dans la ZAT après 30cycles à 1050°C.....	51
Figure 4.30 : Fissures dans la ZAT après 50 cycles à 1050°C.....	52
Figure 4.31 : Des fissures après 10 cycles à 1200°C.....	52
Figure 4.32 : <i>Des Fissures</i> après 30 cycles à 1200°C.....	53

Figure 4.33 : Des fissures après 50 cycles à 1200°C.....53

Liste des Tableaux

Tableau 1.1: Composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques.....3

Tableau 1.2 : Propriétés physiques typiques des différents aciers inoxydables.....11

Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austéno-ferritique.....13

Tableau 3.1: Les résultats de l'analyse chimique du métal de base UNS S 31803.....27

Tableau 3.2 : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 22 05 selon la norme ASTM.....27

Tableau 3.3: Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.....28

Tableau 4.1 Effets des chocs thermiques sur le durcissement de la zone fondue.....46

Tableau 4.2 Effets des chocs thermiques sur le durcissement des phases dans la ZAT.....47

Sommaire

Introduction générale.....	1
-----------------------------------	----------

1.Métallographie et soudabilité des aciers inoxydables duplex

1.1 Introduction.....	3
1.2 Propriétés des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).....	3
1.2.1 Composition chimique.....	3
1.2.2 Structure métallurgique	4
1.3 Transformations structurales des aciers duplex.....	6
1.3.1 Transformation à température supérieure à 1050°C.....	6
1.3.2 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C.....	6
a) Précipitation de carbures de chrome	7
b) Précipitation de nitrures	8
c) Austénite de réversion γ_2	8
d) Précipitation de la phase sigma (σ)	8
e) Précipitation d'autres composés intermétalliques	9
1.3.3 Transformations intervenant entre 600°C et la température ambiante.....	9
a) Démixtion de la solution Fe-Cr	10
b) Précipitation de la phase G	11
1.4 Propriétés physiques et mécaniques.....	11
1.4.1 Propriétés physiques.....	11
1.4.2 Propriétés mécaniques	12
a) Caractéristiques de traction	12
b) Dureté	12
1.5 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex.....	13
1.5.1 Soudabilité des aciers inoxydables duplex.....	13
1.5.2 Evolution de structure dans la ZAT.....	13
1.5.2.1 La ZAT surchauffée.....	14
1.5.2.2 La ZAT recuite.....	14
1.5.3 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite.....	15
1.5.4 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés.....	16

2. Corrosion sous contrainte des aciers inoxydables

2.1. Introduction.....	17
2.2. Phénomène de passivité des aciers inoxydables.....	17
2.3. Définition de la corrosion sous contrainte.....	19
2.4. Paramètres influençant la corrosion sous contrainte.....	20
2.4.1. Contrainte	20
1-Contrainte de traction.....	20
2-Contraintes d'origine thermique.....	21
3-Contraintes thermiques résiduelles.....	22
2.4.2. Microstructure et composition chimique.....	22
2.4.3. Influence de l'environnement.....	23
2.5 Mécanisme de corrosion sous contrainte.....	24
2.5.1 Amorçage de la fissuration.....	25.
2.5.2 Etape de propagation.....	25

3.Procédure expérimentale

3.1. Matériau étudié	27
3.1.1. Composition chimique.....	27
3.1.2. Structure micrographique.....	27
3.1.2. Propriétés mécaniques	28
3.2. Condition de soudage.....	28
3.3 Choix de traitements thermiques.....	29
3.4 Etude métallographique.....	31

3.4.1. Découpage des échantillons.....	31
3.4.2. Préparation Métallographique	32
a) Le polissage	32
b) L'attaque électrolytique	32
c) Observation microscopique	33
d) Essai de microdureté	33
3.5. Essai de polarisation	34
3.5.1. Description de montage	34
3.2.2. Conditions des essais	35
3.6. Essais de corrosion sous contrainte.....	36
3.6.1. Préparation de la solution d'immersion.....	36
3.6.2. Réalisation de l'essai de corrosion.....	37

4. Résultats expérimentaux

4.1. Etat initial (de référence).....	38
4.1.1 Métal de base.....	38
4.1.2 La zone affectée thermiquement.....	38
4.1.3 La zone fondue.....	39
4.2. Effets des cycles thermiques sur la structure.....	39
4.2.1. Cycles de choc thermiques à 1050°C.....	39
a) Métal de base (MB).....	39
b) La zone affectée thermiquement (ZAT)	40
c) La zone fondue après les hypertrempe (ZF).....	42
4.2.2. Cycles de choc thermiques à 1200°C.....	43
a) Le métal de base	43
b) La zone affectée thermiquement	44

c)La zone fondue (ZF)	45
4.3. Effets des cycles thermiques sur la micro dureté.....	46
4.3.1. La zone fondue	46
4.3.2. La zone affectée thermiquement.....	47
4.4. Résultats des essais de polarisation.....	47
4.4.1 Courbes électrochimiques E(i).....	47
a) Effets des chocs thermiques à 1050 °C.....	47
b) Effets des chocs thermiques à 1200 °C.....	47
4.4.2 Courbes de Tafel.....	48
a) Effets des chocs thermiques à 1050 °C.....	48
b) Effets des chocs thermiques à 1200 °C.....	48
c) Effets des températures d'hypertrempe.....	49
4.5. Fissuration par corrosion sous contrainte.....	51
4.6. Conclusion	53
Conclusion générale.....	56
Références bibliographiques	
ANNEXES (1/2)	
ANNEXES (2/2)	

Introduction Générale

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont l'objet d'une attention très accrue vu les propriétés très intéressantes qu'ils offrent. Ces aciers ont une structure biphasée composée d'austénite et de ferrite avec une teneur en ferrite généralement comprise entre 30 et 60%. Ces aciers présentent à la fois certaines des propriétés des aciers austénitiques, dont ils conservent la ductilité, et des aciers ferritiques dont ils gardent le niveau de résistance mécanique. Ils constituent donc, de ce fait et aussi pour un certain nombre d'autres raisons telles que leur excellente résistance à la corrosion, et leur très bonne soudabilité tant opératoire que métallurgique, des matériaux d'une classe importante dans les matériaux d'engineering avec une variété d'application dans les industries chimiques, du pétrole, du gaz et les installations énergétiques.

Les composants et les installations soudés en aciers inoxydable duplex soumis à des conditions de corrosion sous contraintes subissent une fissuration et par la suite une rupture qui peut être brutale. Les contraintes sont généralement de type mécanique de traction ou de compression. Dans certaines applications, les contraintes sont d'origine thermique telle qu'en soudage ou en traitement thermique. Les milieux chlorurés (NaCl, CaCl₂, MgCl₂,...) ont un effet accélérateur de la fissuration et engendrent une réduction importante de la durée de vie des composants et des installations.

La fissuration et la rupture sous contrainte dans des conditions de corrosion sévères ont non seulement des retombées négatives sur le coût économique mais sont aussi responsables sur la sécurité des personnes et sur la sécurité des structures industrielles (installations nucléaires, pétrolières, aéronautiques).

L'objet de cette étude est de déterminer le comportement d'une soudure en acier duplex de nuance 2205 de structure austéno-ferritique duplex dans des conditions de corrosion sous contraintes. Une première étude a été consacrée au comportement de l'acier inoxydable austénitique 316 L en corrosion sous contrainte par Mademoiselle FEKIRI. Cette étude rentre dans le cadre d'un projet consacré à la fissuration sous contraintes résiduelles des aciers inoxydables et des soudures en aciers inoxydables.

Dans nos travaux, nous nous sommes intéressés aux effets des contraintes thermiques engendrées par les cycles de trempe sur la résistance de la soudure en acier duplex 2205 à la fissuration dans un environnement corrosif de solution de NaCl.Na₂S à 170°C.

Le présent mémoire est organisé selon le plan suivant :

Dans la première partie une synthèse bibliographique dans laquelle nous présenterons deux parties :

- Métallographie et soudabilité des aciers inoxydables duplex
- Corrosion sous contrainte des aciers inoxydables

La deuxième partie sera consacrée aux méthodes et aux résultats expérimentaux.

Enfin nous exposerons les conclusions générales de l'étude et les perspectives.

1. Métallographie et soudabilité des aciers inoxydables duplex

1.1 Introduction

Apparus en 1933, les aciers inoxydables austéno-ferritiques n'ont pas cessé d'évoluer depuis. Ils ont été découverts par J.Hochmann lors d'essais de corrosion inter granulaire [1,2]. L'élaboration de ces aciers comprend une phase de fusion dans un four électrique suivie d'une opération d'affinage de type ASV (Procédé d'affinage sous vide) ou AOD (Argon-Oxygène-Décarburation).

Présentant une structure biphasée constituée d'austénite et de ferrite. La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion du matériau. Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud [2]. L'austénite confère à l'acier la ductilité et une meilleure aptitude à la mise en forme. La bonne résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques respectables de ces aciers en font des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder.

1.2 Propriétés des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

1.2.1 Composition chimique

Ils ont une composition chimique en chrome, nickel et molybdène équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite et de ferrite. De nombreuses variantes de composition chimique des austéno-ferritiques ont été mises en œuvre ce qui permet d'adapter leur utilisation vers des applications très particulières [3]. Les nuances des aciers duplex ont la composition suivante:

Tableau 1.1: Composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques [3].

Elément	Cr	Ni	Mo	Cu	N	C
%	19-26	4-8	1.5-4	< 2	< 0.3	≤ 0.03

Les vitesses de diffusion des éléments sont beaucoup plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite, la phase ferritique riche en chrome et en molybdène sera donc privilégiée

pour la germination des phases intermétalliques ou des précipitations riches en ces deux éléments [3].

Soulignons par ailleurs, que le nickel est connu pour être moins efficace que le chrome en ce qui concerne la variation de la teneur en ferrite. Il faudrait ainsi une augmentation de deux points en nickel pour compenser un accroissement de 1 % en chrome. Les évolutions de nuances ont par ailleurs favorisé la réduction des teneurs en carbone et en nickel au bénéfice d'addition d'azote (0,12 à 0,25). Cette nouvelle génération d'aciers austéno-ferritiques équilibrée par des additions maîtrisées d'azote permet de gagner en stabilité structurale et en tenue à la corrosion. C'est ainsi que leur emploi, à l'origine essentiellement comme pièces moulées s'est progressivement étendu aux tôles fortes laminées à chaud, aux tubes et aux tôles minces [1].

1.2.2 Structure métallurgique

Les aciers laminés comme la nuance UNS S 31803 sont obtenus par moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de mise en œuvre sont présentées dans la figure 1.1. Le matériau est parfois de nouveau laminé à froid.

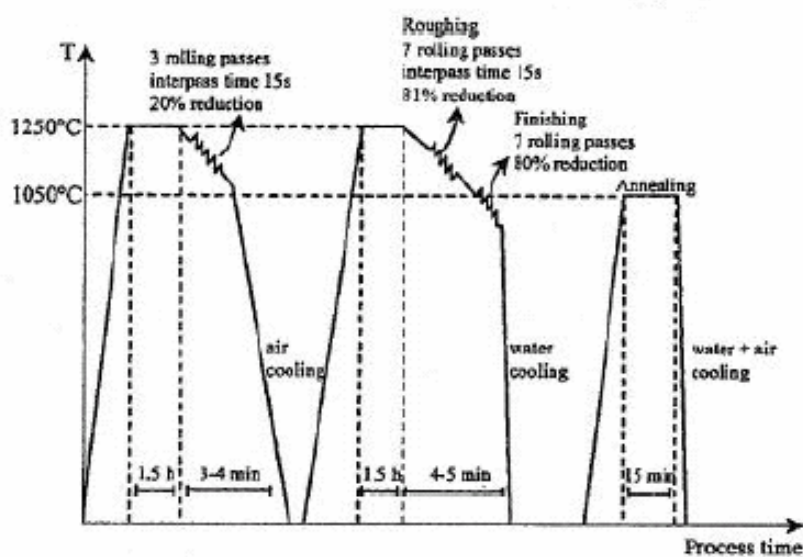


Figure 1.1 : Etapes de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 [2].

Il existe actuellement trois grandes nuances d'aciers inoxydables duplex laminés [5] :

- Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques 304 ou 316.
- Les aciers laminés standard de type UNS S 31803 (Z3CND 2205 AZ) largement étudiés dans la littérature. Ils sont également un nom commercial SAF 2205.

- Les aciers laminés fortement alliés conçus spécialement pour les applications maritimes chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3 CNDU 2506).

Les aciers laminés ont, en général, des teneurs en ferrite et en austénite équivalentes. Les deux phases se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage (figure 1.2). En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques. Il faut en effet souligner que les propriétés intrinsèques des nuances austéno-ferritiques sont dues pour partie à leur structure biphasée 50 α /50 γ [4,7]. La structure de ces aciers, constituée de deux phases austénite et ferrite en quantité sensiblement égales, conduit à n'avoir pratiquement de joints de grains qu'entre austénite et ferrite [3].

Par ailleurs, la proportion des deux phases peut varier dans d'assez larges limites suivant d'une part les quantités relatives des éléments alphagènes et des éléments gammagènes et d'autre part, la température du traitement avant trempe. Lorsque cette dernière augmente, la quantité de la phase ferritique croît. Il faut souligner aussi que, les analyses des deux phases ne sont pas identiques, les éléments alphagènes se concentrant dans la phase ferritique et les éléments gammagènes dans la phase austénitique. Par exemple, pour un alliage contenant 22% de chrome, la teneur en chrome de la ferrite peut être de l'ordre de 24 % et celle de l'austénite de l'ordre de 20 % [6].

La structure biphasée de ces aciers ne présente pas que des avantages, elle a l'inconvénient de limiter de façon importante les températures d'utilisation, leur emploi est limité dans la zone de -50°C à +320°C. En dessous, les valeurs de résilience chutent et l'on risque des ruptures fragiles. Au-dessus, on risque des précipitations qui entraînent des modifications structurales affectant profondément leur comportement [2,3].

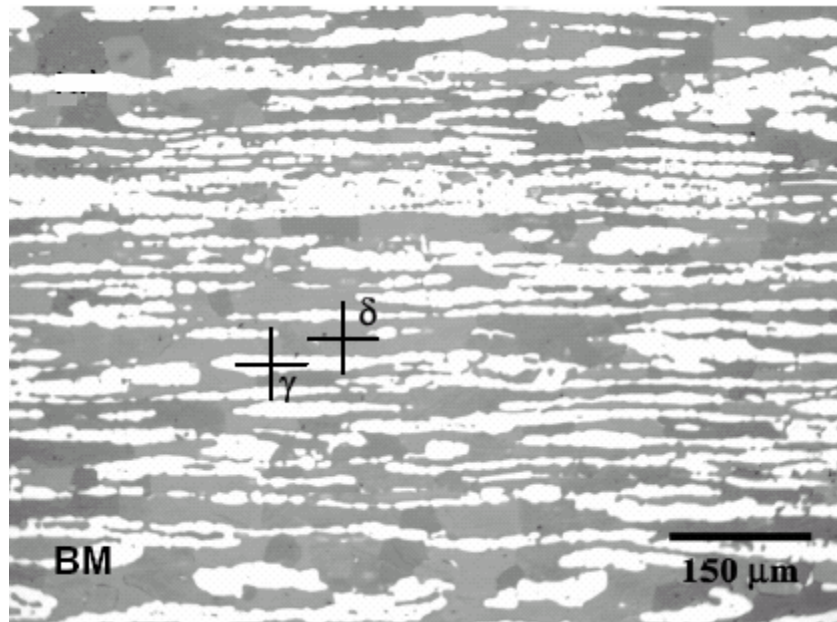


Figure 1.2: Microstructure type d'un acier duplex laminé [7].

1.3. Transformations structurales des aciers duplex

Comme pour les nuances austénitiques, le traitement thermique de qualité typique est un traitement d'hyertrempe. Il vise l'obtention d'un mélange d'austénite et de ferrite sans phases intermétalliques et sans précipitations, source de corrosion intergranulaire. Ce traitement d'hyertrempe est entre 1050°C et 1150°C, selon les nuances, en dehors du fait qu'il y a risque d'augmentation de la teneur en ferrite si l'on dépasse 1150°C, la vitesse de refroidissement n'est pas sans importance, trop rapide, elle tend à abaisser la teneur en austénite, d'où l'augmentation de la limite élastique et de la résistance à la traction, trop lente, on risque des précipitations de carbures. On peut distinguer trois catégories d'évolution structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques : celles se produisant au-dessus de 1050°C, celles se produisant dans l'intervalle 600-1050°C et celles se produisant en dessous de 600°C.

1.3.1 Transformation à température supérieure à 1050°C

Les nuances austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode ferritique $\delta(\alpha)$. Ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$ se produit. La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être également incomplète si la vitesse de refroidissement est grande [04]. Soulignons ici l'effet manquant des additions d'azote, à savoir son action stabilisatrice sur la structure biphasée en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \delta(\alpha)$.

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases austénitique et ferritique s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des deux phases [4].

1.3.2 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C

Dans cet intervalle de température, la structure biphasée peut subir un certains nombres de modifications à cause de la formation de nouvelles phases : carbures, nitrures et phases intermétalliques. La figure 1.3 présente les courbes TTT des principales nuances austéno-ferritiques.

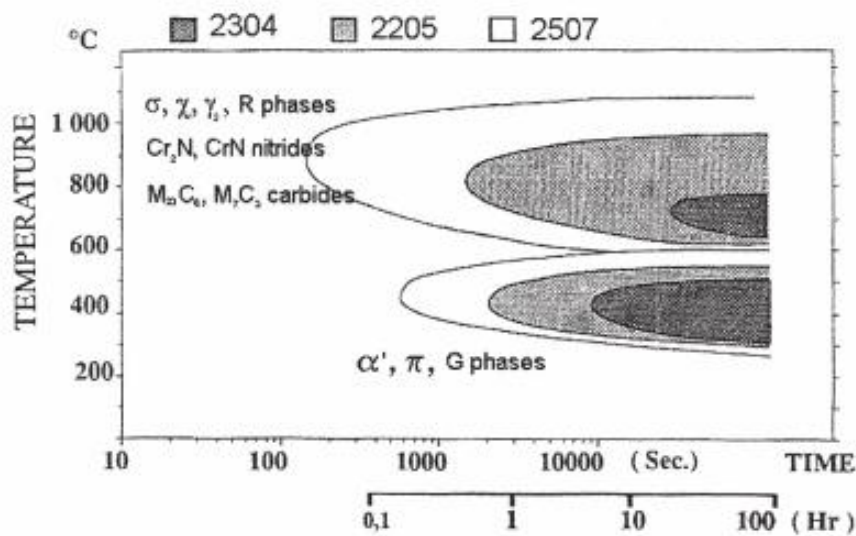


Figure 1.3 : Courbes TTT des nuances austéno-ferritiques [13].

Par conséquent on peut distinguer la formation des précipités suivants :

a) Précipitation de carbures de chrome

Cette précipitation se produit aux interfaces ferrite/austénite (figure 1.4). Des carbures de type M_7C_3 sont observés entre 950°C et 1050°C, tandis que des carbures de type $M_{23}C_6$ prennent place à plus basse température. C'est-à-dire principalement entre 700°C et 900°C. L'une des caractéristiques des alliages austéno-ferritiques est que la précipitation des carbures de chrome sur les joints de grains est généralement discontinue et qu'elle s'accompagne d'un déplacement des joints de grains par formation de phase austénitique dans les zones déchromés [4].

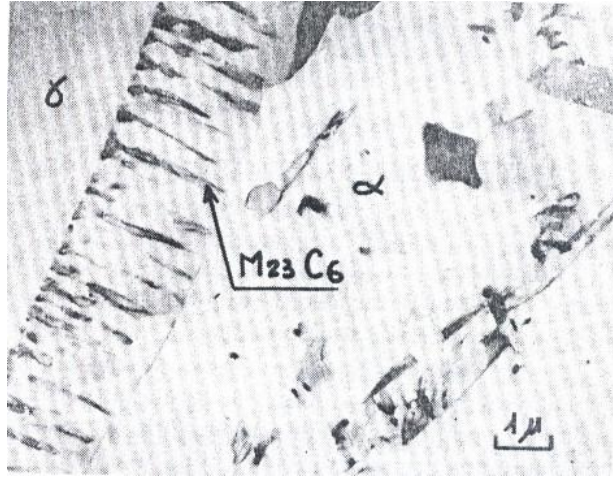


Figure 1.4 : Micrographie électronique de carbure de chrome [6].

Les carbures $M_{23}C_6$, d'une taille d'environ quelques micromètres, risquent de provoquer la fragilisation des interfaces. Ils peuvent également se former dans la ferrite si la teneur en carbone est élevée. De plus, ces carbures précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent ou lors des maintiens à des températures suffisamment élevées [2].

b) Précipitation de nitrures

Pour les nuances avec addition maîtrisées d'azote, une précipitation de nitrure de chrome (Cr_2N) peut survenir. Ces précipités provoquent une fragilisation de l'alliage austéno-ferritique. Les précipités Cr_2N ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers $900^\circ C$. Ils apparaissent d'abord sur les joints α/γ et α/α . Des précipitations intergranulaires en zone affectée thermiquement fortement ferritique, ont également été observées [1].

c) Austénite de réversion γ_2

La fraction volumique et la composition de la phase austénitique dépendent de la température. Il est ainsi possible d'accroître la fraction volumique de la phase austénitique par refroidissement lent de l'alliage (austénite γ_1). Un refroidissement brutal de l'alliage à partir d'une température voisine de $1100^\circ C$ conduit, lors de maintiens ultérieurs à $700/900^\circ C$, à la formation d'une fine précipitation d'austénite intergranulaire dans les grains ferritiques (austénite γ_2). De tels précipités peuvent également survenir à beaucoup plus basse température [1]. De l'austénite peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes non visibles en microscopie optique pour des vieillissements à des températures inférieures à $400^\circ C$, soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à 10 μm pour des vieillissements à des températures supérieures à $500^\circ C$ [2].

d) Précipitation de la phase sigma (σ)

C'est une phase intermétallique de structure tétragonale : $(\text{FeNi}) \alpha (\text{CrMo}) \gamma \text{FeCr}$; $(\text{FeNi}) \alpha (\text{CrMo}) \gamma$, elle germe entre 650°C et 1000°C au niveau de l'interface ferrite/austénite et croit dans la ferrite (figure 1.5). La formation de la phase sigma, dure et très fragile, communique à l'alliage une très grande fragilité, une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion.

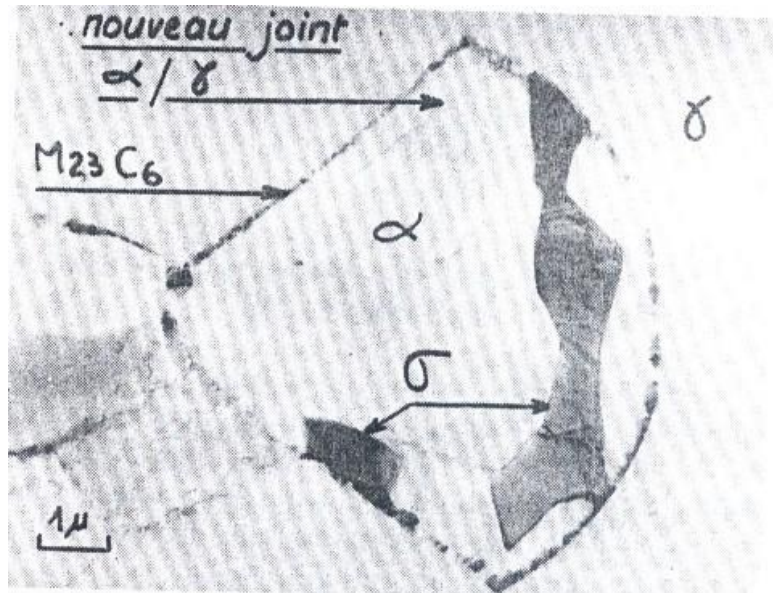


Figure 1.5: Micrographie électronique de la phase sigma [6].

Notons que les éléments Cr, Mo, Si et Mn encouragent la formation de la phase sigma [14]. Soulignons par ailleurs, que la présence de précipités intergranulaires tels que les carbures ou les inclusions accélèrent, en agissant comme site de nucléation, la vitesse d'apparition de la phase sigma.

Il sera souhaitable, pour les nuances austéno-ferritiques les plus fortement alliées en chrome et en molybdène de procéder à des additions volontaires d'azote, connues pour retarder l'apparition des composés intermétalliques [1].

e) Précipitation d'autres composés intermétalliques [8]

Comme la phase sigma, la phase chi (χ) de structure cubique centré $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$, germe à l'interface ferrite/austénite entre 700°C et 900°C et croit dans la ferrite. La phase χ diminue aussi la résistance à la corrosion.

La phase Laves ou R (Fe_2Mo) de structure hexagonale, précipite en petites quantités entre 550°C et 650°C après plusieurs heures d'exposition. Cette phase se forme dans les sites intra et intergranulaires et elle réduit la résistance à la corrosion par piqûres. La phase π -nitru

(Fe₇Mo₁₃N₄) de structure cubique a été identifiée aux sites intragranulaires dans le duplex soudé après traitement thermique isotherme à 600°C de plusieurs heures.

1.3.3 Transformations intervenant entre 600°C et la température ambiante

Dans les aciers austéno-ferritiques, ces transformations se produisent dans la ferrite. Ces transformations ne sont pas visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proche, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique à transmission, la microscopie atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la diffusion des neutrons aux petites angles [2]. Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion α/α' et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G.

a) Démixtion de la solution Fe-Cr

Aux températures comprises entre 250°C et 516°C, la ferrite, solution fer-chrome instable, se décompose en une phase riche en fer α , et une autre riche en chrome α' (figure 1.6) [2]. La phase α' peut selon la teneur en chrome et la température se former suivant deux mécanismes différents :

- Par décomposition spinodale ($280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$).
- Par germination et croissance (souvent à température voisine de 500°C car elle nécessite alors un processus de diffusion avec création d'interfaces).

La transformation spinodale est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Ce processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite. Les espèces identiques tendent spontanément à se rassembler [1]. La précipitation de la phase α' conduit à un durcissement important et à une fragilisation de l'alliage [6].

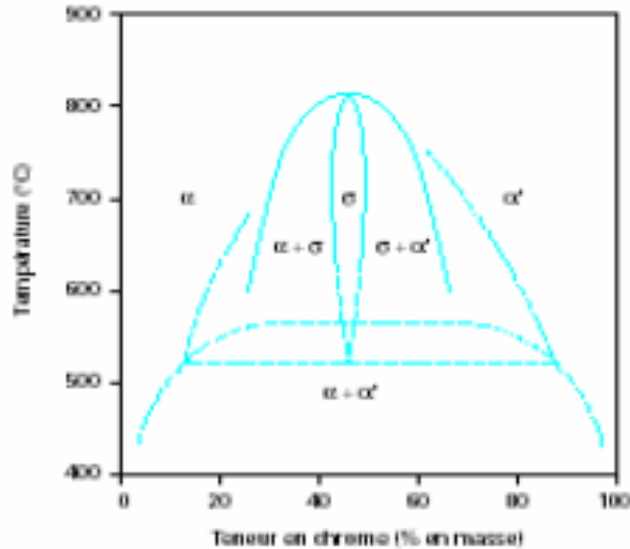


Figure 1.6 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr à des températures [5].

b) Précipitation de la phase G

La phase G apparaît dans la ferrite des aciers austéno-ferritiques entre 300°C et 400°C. Elle est de structure cubique à faces centrées et elle a pour formule $\text{Ni}_{16}\text{Ti}_6\text{Si}_{17}$, Ni et Ti pouvant être substitués par Cr, Fe, Mo, Mn, V, Nb, Ta, Hf ou Zr. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, les autres se forment aux interfaces α/α' car le nickel et le silicium sont rejetés des zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinoïdale. La participation de la phase G à la fragilisation de la ferrite est très controversée. Cependant, il semble difficile d'admettre qu'une précipitation aussi intense de petites particules soit sans effet [2,8].

1.4 Propriétés physiques et mécaniques

1.4.1 Propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex possèdent un faible coefficient de dilatation thermique, similaire à celui des aciers au carbone. Cela réduit l'expansion des joints et rend l'alliage duplex convenable pour les conditions de cycle thermique. De plus, la conductivité thermique est plus grande que celle des aciers austénitiques. Finalement, comme les aciers inoxydables duplex contiennent environ 50% de ferrite, ils montrent un certain degré de magnétisme [8]. Le tableau 1.2 montre les différentes propriétés physiques des aciers inoxydables.

Tableau 1.2 : Propriétés physiques typiques des différents aciers inoxydables [8]

Grades		Températures (°C)	Module de Young (GPa)	coefficient d'expansion thermique ($10^{-6}K^{-1}$)	Chaleur spécifique ($JKg^{-1}K^{-1}$)	Conductivité thermique ($Wm^{-1}K^{-1}$)
Ferritique	A516	20	205	12.5	450	60
	S43000	20	205	10	480	22
	S44700	20	205	10	480	21
Austénitique	S30400	20	205	16	520	16
	N08904	20	205	16	544	15
Duplex	S31803	20	200	-	470	14
		100	190	13	500	15
		200	180	14	530	17
		300	170	14.5	560	18
	S32304	20	200	13	470	16

1.4.2 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Les variations de ces propriétés ont fait l'objet d'études détaillées pour préciser l'influence de la structure biphasée, la composition chimique, les températures de traitement, ainsi que l'influence des durées de maintien. Il est ainsi possible d'ajuster le matériau aux nécessités diverses de l'utilisation, par exemple l'augmentation de la dureté pour mieux résister à l'abrasion. Les principales caractéristiques mécaniques des aciers duplex sont :

a) *Caractéristiques de traction*

Les caractéristiques minimales de traction des alliages austéno-ferritiques plats sont présentées dans le tableau 1.3. D'après ce tableau, on constate que les valeurs de R_e et de R_m des aciers duplex sont plus élevées que ceux des aciers ferritiques et austénitiques. En effet, la caractéristique majeure des aciers inoxydables duplex est leur résistance mécanique élevée à la température ambiante.

b) *Dureté*

D'après le tableau 2, les aciers inoxydables duplex présentent les duretés les plus élevées. Ces duretés varient entre 28 et 32 Rockwell (HRC) selon le type d'alliage. En plus, du durcissement par les éléments d'alliage (interstitielles ou substitutionnelles) et par la phase ferritique, les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique. Le

premier domaine entre 700°C et 900°C où il y a formation des phases intermétalliques. Le deuxième domaine est compris entre 300°C et 550°C où on peut obtenir un durcissement notable tout en conservant une bonne ductilité.

Les valeurs élevées de R_e et de R_m résultent de la simultanéité des mécanismes suivants [8] :

- Durcissement par solution solide interstitielle (C, N).
- Durcissement par solution solide substitutionnelle (Cr, Mo, Ni).
- Durcissement par la formation de la phase γ_2 .
- Durcissement dû à la ferrite.

Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austéno-ferritique [8].

Aciers	Grades	$R_{e0.2}$ (Mpa)	R_m (Mpa)	A_5 (%)	Dureté	
					HB	HRC
Ferritiques	S40900	205	380	20	179	-
	S44700	415	550	20	223	20
Austénitiques	S31603	170	485	40	217	-
	S31254	300	650	35	223	-
Duplex	S31200	450	690	25	293	31
	S31260	485	690	20	290	-
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32760	550	750	25	270	-
	S32900	485	620	15	269	28
S32950	485	690	15	293	32	

1.5 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex

1.5.1 Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex ont une bonne soudabilité, tous les procédés de soudage peuvent être utilisés. Toutefois, leur bonne soudabilité est conditionnée par le respect de certaines règles métallurgiques [10]. En effet, l'obtention d'un métal déposé duplex est due à l'association d'un cycle thermique de soudage et d'une analyse chimique du métal déposé spécifiques.

Les aciers inoxydables duplex ne sont pas aussi facilement soudés que les nuances austénitiques mais la faible dilatation thermique qui les caractérise réduit la distorsion et les contraintes résiduelles qui apparaissent après soudage.

1.5.2 Evolution de structure dans la ZAT

La ZAT surchauffée est définie comme étant la zone adjacente à la zone fondue, sa température est voisine du point de fusion de l'acier soudé et sa structure est entièrement ferritique au chauffage, alors que la ZAT recuite est la zone où les fractions volumiques de l'austénite et de la ferrite demeurent inchangées. Diverses transformations ont lieu entre ces deux zones et la complexité de ces transformations est d'autant plus importante que le nombre de passes est élevé.

1.5.2.1 La ZAT surchauffée

Les transformations microstructurales qui ont lieu dans la ZAT surchauffée sont essentiellement contrôlées par le procédé de soudage et par la composition chimique. Pour une composition chimique donnée, la microstructure dans la ZAT surchauffée dépend de l'historique thermique imposé. Ainsi, l'énergie de soudage, l'épaisseur de la pièce à souder, le préchauffage et la température d'interpasse sont autant de paramètres qui affectent la microstructure de la ZAT surchauffée.

Souvent, c'est la température maximale du cycle thermique et la durée de séjour dans le domaine ferritique qui contrôlent la dissolution de l'austénite et la taille du grain ferritique. La reformation de l'austénite implique la redistribution de l'Azote et a lieu dans les joints de grains ferritiques. Elle peut aussi apparaître dans les sites intragranulaires. Une taille de grain de ferrite élevée retarde la formation de l'austénite.

1.5.2.2 La ZAT recuite

Cette zone se situe loin de la zone fondue et présente un historique thermique qui peut provoquer la formation de phases intermétalliques qui dépend de la composition chimique,

des traitements thermiques ultérieurs et de la durée totale de séjour aux hautes températures (cycle thermique total). Ainsi, les ZAT des soudures austéno-ferritiques peuvent subir deux types de modifications structurales :

1. Un accroissement de la teneur en ferrite consécutive au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement est trop rapide pour une retransformation complète en austénite de la ferrite formée au chauffage. Et c'est pour cette raison qu'il faut que l'énergie de soudage soit assez élevée ;
2. Une transformation partielle de la ferrite en phases intermétalliques éventuellement accompagnée de la précipitation de carbures et/ou nitrures, en particulier en présence de réaffectations thermiques. Pour éviter ces précipitations, il est donc recommandé de ne pas utiliser des énergies de soudage trop élevées ;

Ceci dit, un contrôle des transformations dans la ZAT s'impose, et ce en contrôlant les paramètres de soudage pour assurer des conditions de refroidissement assez lentes pour permettre la reformation de l'austénite, et assez élevées pour éviter la précipitation des phases intermétalliques. Pour cela, il faut prendre en considération l'énergie de soudage et les températures d'interpasse, on maintiendra l'énergie de soudage dans l'intervalle 10 à 20 kJ/cm tout en garantissant une température d'interpasse inférieure à 150 °C [08] Cependant, cette approche ne définit pas complètement le cycle thermique approprié pour obtenir des propriétés optimales. On a donc recours au temps de refroidissement entre 1200 et 800 °C $\Delta t_{12/8}$ qui est recommandé pour les aciers inoxydables duplex, car il couvre l'intervalle de températures dans lequel la formation de l'austénite a lieu. Le temps de refroidissement $\Delta t_{12/8}$ se situe entre 4 et 15 s [8].

1.5.3 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se fait suivant le mode épitaxial, selon lequel les cristaux du solide en formation, adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique [9.]. La taille du grain ferritique, l'orientation des grains, le taux de ferrite et la morphologie influencent les propriétés du métal fondu. Aussi, le partage des éléments à l'état solide entre l'austénite et la ferrite peut sérieusement affecter les propriétés de la zone fondue.

La formation de l'austénite débute initialement sur des sites intergranulaires, s'ensuit alors la formation de l'austénite type Widmanstätten ou sur des sites intragranulaires. Etant donné que la germination de l'austénite a lieu dans les joints de grains, une petite taille des

grains de ferrite favorise des taux d'austénite élevés. En général, le taux de ferrite dans le métal fondu est compris entre 30 et 70% selon la composition chimique et les vitesses de refroidissement.

La Figure 1.7 illustre les différentes zones dans un joint soudé austénoferritique. L'étendue des différentes zones représentées dépend fortement des paramètres de soudage et du procédé utilisé.

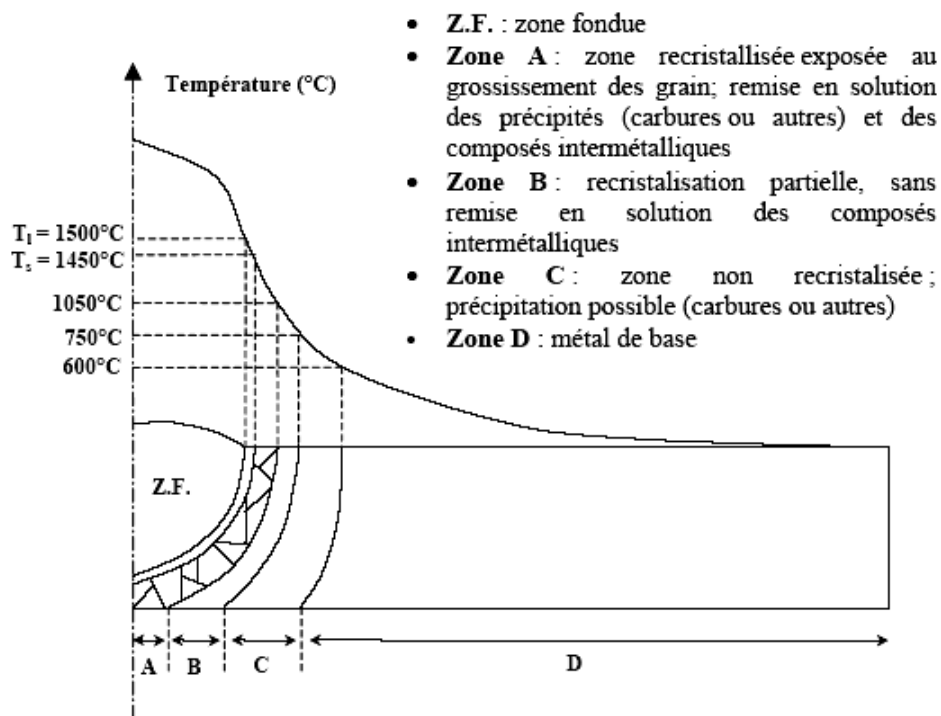


Figure 1.7 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique [11].

1.5.4 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel est le contrôle de la teneur en ferrite du joint soudé (ZF et ZAT) qui revêt une importance particulière. La prédétermination de la teneur en ferrite dans la ZF n'est plus possible à partir du diagramme de Schaeffler (influence de l'Azote non prise en compte), ni à partir de celui de Delong (car il ne couvre pas le domaine des austénoferritiques).

Le diagramme présentant le meilleur compromis est celui d'Espy [01]:

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5 (\%Si) + 0,5 (\%Nb) + 5 (\%V) + 3 (\%Al) \quad (1.1)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30 (\%C) + 0,87 + 0,33 (\%Cu) + (\%N - 0,045) \times a \quad (1.2)$$

Avec : $a = 30$ pour $\% N \leq 0,20$

$a = 22$ pour $0,21 \leq \% N \leq 0,25$

$a = 20$ pour $0,26 \leq \% N \leq 0,35$

2. Corrosion sous contrainte des aciers inoxydables

2.1. Introduction

La corrosion sous contrainte peut affecter toutes les structures et les composants métalliques soumis à des contraintes sous un environnement corrosif. Ces conditions provoquent la formation et la croissance rapide des fissures dans les structures. Ceci peut être particulièrement dangereux surtout quand le facteur de sécurité est primordial (industrie pétrochimique, installations de gaz, industrie chimique, aéronautique, industrie nucléaire).

L'étude de la corrosion sous contrainte exige une approche interdisciplinaire qui implique l'électrochimie, science des matériaux et mécanique.

2.2. Phénomène de passivité des aciers inoxydables

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables en général et des aciers austénitiques en particulier repose fondamentalement sur leur phénomène de passivité, ils se caractérisent par la présence d'une couche oxydée continue et étanche qui constitue une phase homogène à l'interface métal/solution. Les propriétés de conduction et de transport dans cette couche freinent considérablement la cinétique de dissolution du métal [12]. La courbe de polarisation anodique $i = f(E)$ a la forme caractéristique de la figure 2.1 ci-dessous.

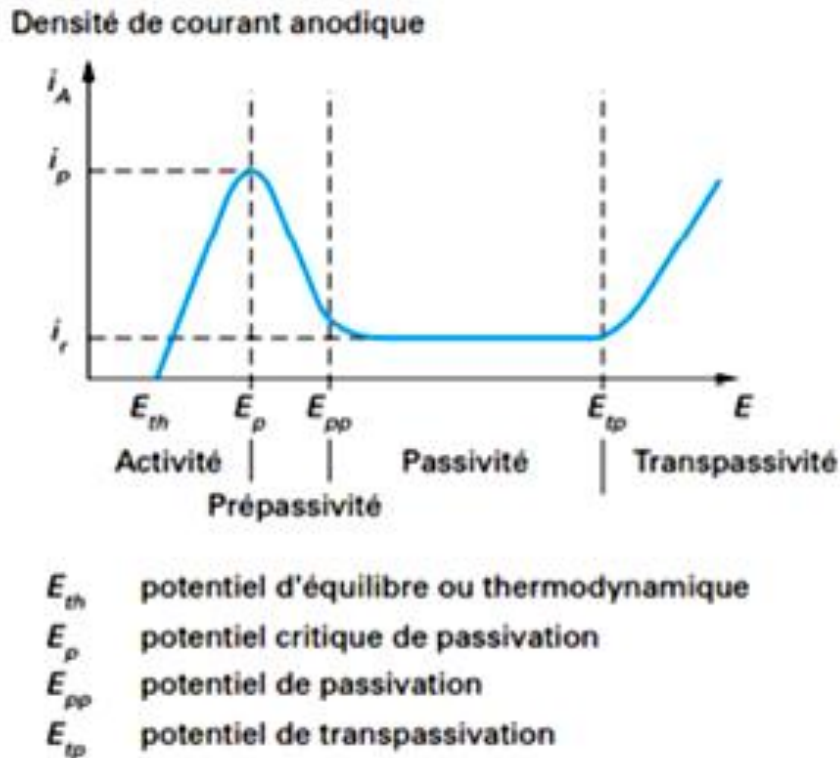
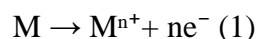


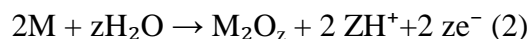
Figure 2.1 - Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide Sulfurique [12]

Cette courbe présente un maximum pour $E = E_p$ et se décompose en quatre principaux domaines :

1- Pour $E_{th} < E < E_p$; il y a dissolution selon la réaction :

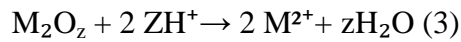


2- Pour $E_p < E < E_{pp}$; (E_{pp} représentant le potentiel de passivation), on observe une réaction qui se produit simultanément avec la précédente :

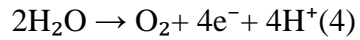


La formation de l'oxyde M_2O_z freine la dissolution du substrat métallique et on note corrélativement une diminution de la densité de courant.

3- Pour $E_{pp} < E < E_{tp}$ (E_{tp} représentant le potentiel de transpassivation), la densité de courant reste constante, ce qui signifie que l'alliage métallique se passive spontanément dans le milieu considéré. Dans cet état stationnaire, les réactions se déroulant à l'interface substrat métallique/couche passive sont identiques aux deux précédentes et à l'interface couche passive/solution, la réaction traduisant la dissolution de la couche passive est de type :



4- Pour $E > E_{tp}$; la densité de courant augmente de nouveau (transpassivité) et il se produit une réaction (oxydation de l'eau) qui entraîne la destruction de la couche passive [13] :



On remarque que plus le potentiel augmente, plus le métal s'oxyde et se dissout vite. Cependant, il finit par constituer à sa surface une très mince couche d'oxyde insoluble, cette couche de passivité ou couche passive est un composé oxygéné d'adsorption. La hauteur du pic d'activité E_p dépend à la fois de l'alliage (teneurs en Cr, Ni et Mo) et du pH. Cette relation prend d'ailleurs une importance technologique tout à fait considérable pour cette famille. Ainsi, pour un acier inoxydable dans des eaux plus ou moins salées, le pic disparaît totalement à partir d'une valeur seuil se situant entre $pH=1$ et $pH=3$ (en l'absence d' H_2S). Au-dessus de ce seuil de pH, dans tous ces milieux que l'on appellera neutres par extension, il est donc absolument impossible d'observer une corrosion uniforme de l'acier inoxydable [1].

On voit l'intérêt que présente le phénomène de passivité. Cependant, il est nécessaire de s'assurer que cette protection est stable car une détérioration de la couche passive due à une attaque chimique comme par exemple des ions de chlorures provoquera une corrosion importante.

2.3. Définition de la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée due à une perturbation de la passivité qui résulte de l'action synergique sur un matériau d'un milieu corrosif et d'une contrainte ou d'une déformation imposée au-dessous de la limite conventionnelle d'élasticité (figure 2.2). L'action conjuguée de ces deux facteurs peut être suffisante pour provoquer la formation de microfissures, cette fissuration se produit à partir d'une rupture locale de la couche passive. La corrosion sous contrainte est donc liée à l'existence même de la passivité [13,15].

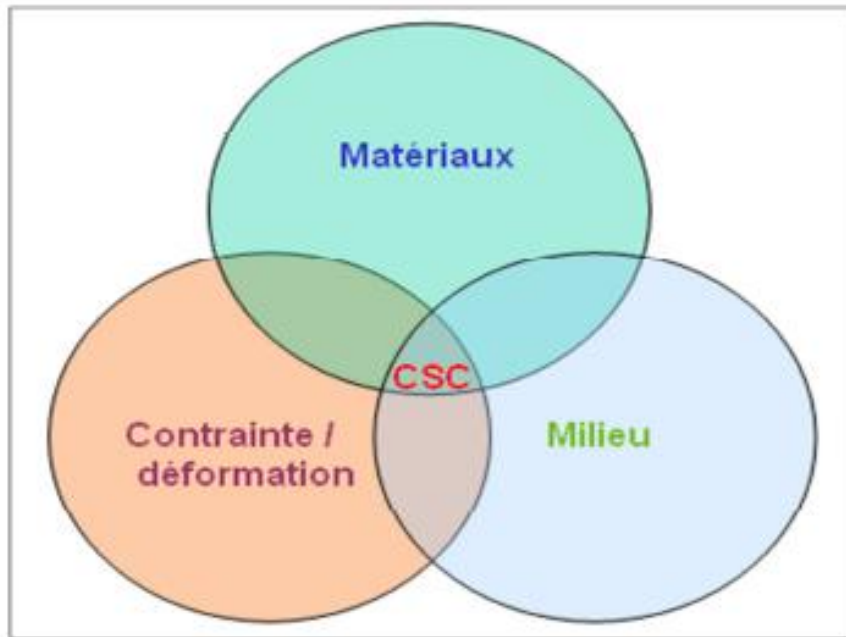


Figure 2.2 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte [13]

Les conditions opératoires et les facteurs influençant de la corrosion sous contraintes sont bien montrés dans la figure 3.3. On peut distinguer trois parties :

- Le système :

Le système est soit un matériau, une soudure ou un revêtement. Les facteurs sont la composition chimique, la structure et les propriétés électrochimiques et mécaniques.

- Les contraintes :

Les contraintes peuvent être résiduelles ou appliquées. Les contraintes résiduelles peuvent être d'origine thermique ou mécanique. Les facteurs sont la nature des contraintes (traction, compression,...), leur intensité.

- L'environnement :

C'est le milieu corrosif qui peut être liquide ou gazeux. Il est caractérisé par la constitution, les concentrations, le pH et la température [16].

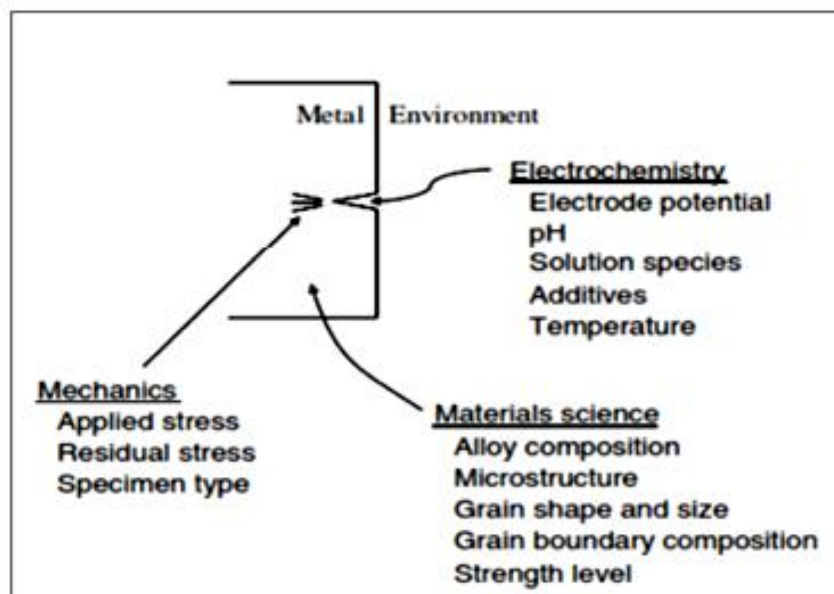


Figure 2.3 - Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC [16]

2.4. Paramètres influençant la corrosion sous contrainte

Pour qu'une fissure de corrosion sous contrainte se forme et se propage, il faut qu'il y est une combinaison appropriée des trois facteurs : une contrainte de traction, un environnement corrosif et le facteur matériau caractérisé par sa composition chimique et sa microstructure.

2.4.1. Contrainte

1-Contrainte de traction

Pour la rupture par corrosion sous contrainte, une contrainte de traction est nécessaire. Cette contrainte peut être appliquée ou bien une contrainte résiduelle due à des traitements thermiques, à un travail de formage ou bien au soudage [17].

Seul les contraintes de traction sont dangereuses d'où le nom donné parfois à ce mode de corrosion « **corrosion sous tension** », les contraintes de compression exercent au contraire une action protectrice et sont à ce titre parfois recherchées (par grenailage ou microbillage)[18].

L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte σ appliquée. Il est donc logique d'associer une valeur critique de la contrainte σ_c comme critère de la corrosion sous contrainte [13].

2-Contraintes d'origine thermique

De nombreuses pièces des structures utilisées à hautes températures sont soumises à des variations de température rapides en cours du fonctionnement. Le gradient thermique ainsi créé dans la pièce génère des contraintes thermiques. En effet, la dilatation libre d'un élément de volume donné est limitée par la dilatation différentielle des éléments voisins qui se trouvent à des températures différentes. L'amplitude de ces contraintes d'origine thermique est en fonction du gradient thermique, la géométrie de la pièce, des caractéristiques physiques et mécaniques du matériau et la conductivité thermique[19].

$$\sigma_r(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^2} \left[\frac{r^2 - r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \int_{r_1}^{r_0} T r dr - \int_{r_1}^r T r dr \right] \quad (1.3)$$

$$\sigma_t(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^2} \left[\frac{r^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \int_{r_1}^{r_0} T r dr + \int_{r_1}^r T r dr - T r^2 \right] \quad (1.4)$$

σ_r : est la contrainte radiale (MPa) ;

σ_t : est la contrainte tangentielle (MPa) ;

α : est le coefficient de dilatation linéaire

(K-1) ;

E : est le module de Young (GPa) ;

ν : est le coefficient de Poisson ;

$T(r)$ est la température en (K),

r : est le rayon (mm) ;

r_i : est le rayon interne du tube (mm) et

r_o : est le rayon externe du tube (mm).

Ces contraintes thermiques peuvent également se produire lors d'un changement brutal de la température; on a alors affaire à ce que l'on appelle un « choc thermique ». Ces contraintes sont souvent plus importantes que celles dues à une élévation ou à un abaissement lent de température.

Donc, lorsqu'une pièce est soumise à des variations de températures, sa dilatation ou sa contraction est empêchée Ce qui engendre le développement des contraintes d'ordre thermique. Les contraintes sont d'autant plus élevées que le gradient ou la vitesse de variation de température sont élevées[20].

3-Contraintes thermiques résiduelles

En plus, des charges extérieures, des contraintes résiduelles thermiques ou mécaniques souvent existent dans un composant. Ces contraintes sont difficiles à mesurer ou à modéliser, et elles forment souvent un facteur inconnu dans la fatigue. Il est bien connu que les contraintes thermiques résiduelles jouent un rôle crucial dans le comportement de croissance des fissures de fatigue. Ces contraintes peuvent être introduites par plusieurs processus de fabrication comme le laminage, le forgeage et le soudage. L'introduction de contraintes thermiques résiduelles compressives à la couche de surface résulte dans le prolongement considérable dans la durée de vie des composants industriels. Par contre, la présence de contraintes résiduelles de traction peut réduire la durée de vie des composants. Les contraintes thermiques résiduelles de traction accélèrent la vitesse de croissance des fissures de fatigue par l'augmentation de l'ouverture de la fissure [21].

Les contraintes résiduelles sont difficiles à modéliser, elles sont souvent un paramètre inconnu dans les phénomènes de fatigue et elles tendent à disparaître pendant le chargement (Almer et al, 2000). Les contraintes résiduelles stabilisées sont en corrélation avec l'initiation (amorçage) des fissures et la durée de vie du matériau [22].

2.4.2. Microstructure et composition chimique

Le rapport entre la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et la microstructure ou la composition reste complexe. Les conditions métallurgiques qui incluent les phases actuelles dans la matrice et joints de grains, la composition des phases, la ségrégation des joints de grains sont des facteurs important pour la corrosion sous contrainte.

- La présence d'une certaine quantité de ferrite dans un acier inoxydable initialement austénitique peut bloquer les fissures, suggérant que la ferrite soit plus résistante à la corrosion sous contrainte [23].
- La précipitation uniforme de carbure dans une matrice d'austénite a été trouvée pour améliorer la résistance [17].
- Une teneur élevée de nickel et de chrome améliore la résistance à la corrosion sous contrainte. La courbe de la figure 2.4 montre l'influence de la teneur en nickel d'un alliage à 18% de chrome sur sa résistance à la corrosion sous contrainte. L'examen de la courbe montre que ce sont les nuances à 8% de nickel (c'est-à-dire les plus courantes) qui sont les plus sensibles. À partir d'environ 15% de nickel, la durée de vie augmente sensiblement. À une teneur en nickel de 50%, le risque de corrosion sous contrainte est quasi nul. L'influence favorable d'une teneur élevée en nickel s'explique par le rôle que joue cet élément sur la distribution des dislocations. L'influence des autres éléments comme le molybdène et le carbone dans les aciers austénitiques n'a pas été déterminé [23]

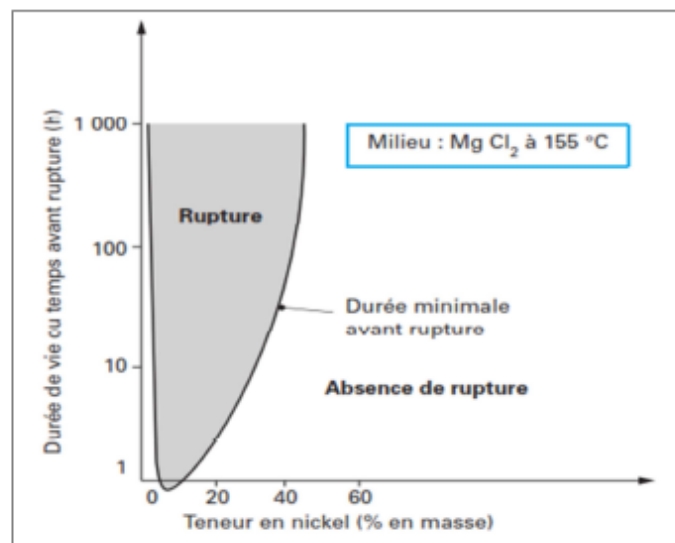


Figure 2.4 - Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome [12].

2.4.3. Influence de l'environnement

Le phénomène de corrosion sous contrainte peut être observé dans des milieux peu agressifs (eau chaude) qui, en l'absence d'un champ de contraintes de traction, ne provoqueraient aucune corrosion. Les eaux dont la teneur en chlorures est de l'ordre de

100p.p.m et dont la température est supérieure à 60 °C sont susceptibles de provoquer une fissuration pour les aciers inoxydables [12].

Les aciers inox sont principalement sensibles aux milieux chlorurés, l'agressivité des chlorures devient particulièrement importante aux hautes températures, une augmentation de la concentration dans la solution cause une augmentation de la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et une diminution du temps de fissuration. La température est l'un des paramètres les plus importants car la fissuration est rencontrée principalement dans les branches chaudes. La température a une influence directe sur le temps nécessaire à la fissuration qui diminue avec l'augmentation de cette dernière. Puisque la corrosion sous contrainte est un phénomène lié aux solutions à haute température, le contenu d'oxygène est inévitablement bas.

La susceptibilité à la fissuration n'est pas particulièrement sensible au pH, mais en général elle est plus grave dans les solutions les plus acides. Cependant, dans la propagation des fissures, c'est le pH local dans le bout de fissure qui est important plutôt que le pH de la solution [24].

D'une manière générale, il faut éviter tout phénomène favorisant la concentration en ions agressifs Cl^- ou OH^- et limiter la température de service. Par contre, l'acidité du milieu n'a pratiquement pas d'importance pour des pH compris entre 3 et 10 [12].

2.5. Mécanisme de corrosion sous contrainte

Le phénomène de corrosion sous contrainte est d'une étude assez complexe due principalement à la multiplicité des facteurs tant mécaniques que chimiques susceptibles d'entrer en jeu.

Les fissures se développent à plusieurs branches et perpendiculairement à l'axe de contrainte de traction. Généralement il est difficile de détecter ces fissures aux étapes initiales du développement par des techniques non destructives jusqu'à ce qu'elles se sont développées à des proportions catastrophiques. L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte σ appliquée.

Le procédé global de corrosion sous contrainte peut être divisé en deux étapes : le processus de déclenchement, qui dans beaucoup de cas est précédé par une période d'incubation et le processus de propagation. Les changements les plus importants ont lieu avant le processus de déclenchement, l'établissement d'un environnement local approprié à la fissuration. D'un point de vue pratique, cette étape est très importante particulièrement pour le

déclanchement [20]. Dans le mécanisme de corrosion sous contrainte, on distingue deux phases :

2.5.1. Amorçage de la fissuration

L'initiation à la fissuration se fait en deux étapes :

*Détérioration localisée du film passif qui est due à des opérations mécaniques ou à des attaques chimiques des ions agressifs comme les Cl⁻.

*Formation d'une piqure après que le film soit détruit localement qui sera la source de la fissuration.

2.5.2. Etape de propagation

L'étape de propagation des fissures de CSC comprendrait deux stades. Après une durée correspondant à l'amorçage vrai, la CSC se propagerait dans un stade lent. Puis, au-delà d'une taille de fissure critique de quelques dizaines de micromètres, la fissuration entrerait dans un stade de propagation rapide [25].

La propagation des fissures peut être intergranulaire ou transgranulaire, ça dépend seulement du degré de sensibilisation, parfois on observe les deux types sur la même surface de rupture. À mesure que l'intensité d'effort augmente, la déformation plastique liée à la propagation des fissures augmente. Quand la région finale de rupture est approchée, la déformation plastique peut être appréciable parce que les alliages résistants à la corrosion sont fréquemment tout à fait malléables (figure 2.5) [24].

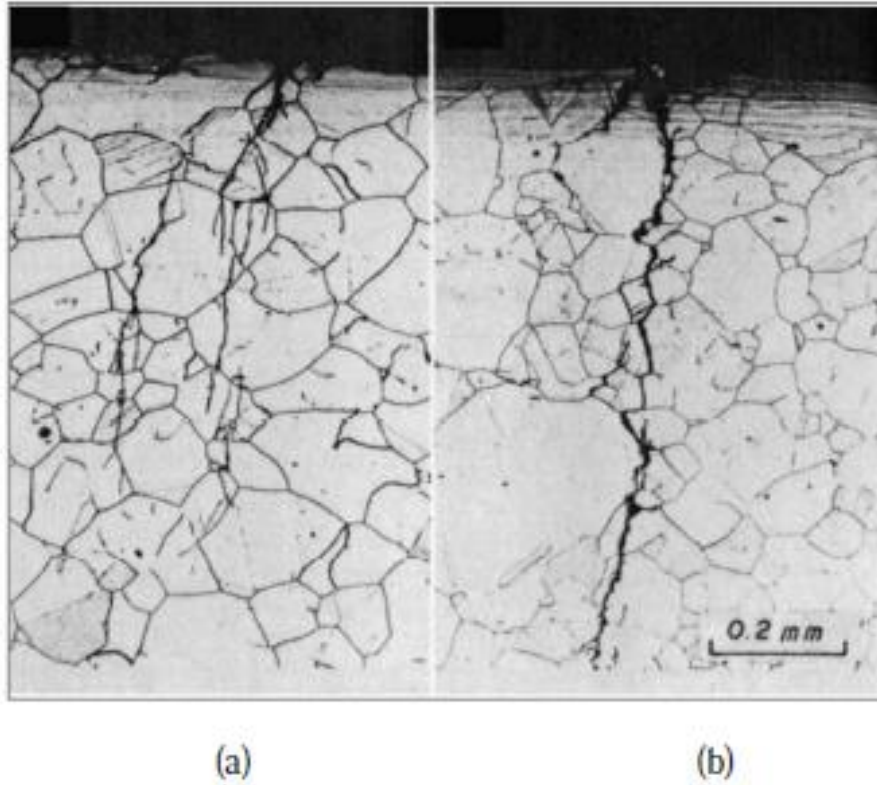


Figure 2.5. Phase de propagation intergranulaire et transgranulaire des fissures dans l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20% [16].

La fissuration par corrosion intégranulaire diffère nettement de la corrosion sous contrainte intergranulaire. Dans la corrosion sous contrainte intégranulaire, les fissures sont concentrées dans les zones de contraintes maximales et tendent à se propager perpendiculairement à l'axe de contrainte principale. Par contre, dans la corrosion intergranulaire classique, les fissures sont uniformément distribuées à travers le métal sans direction préférentiel [18].

3.Procédure expérimentale

3.1. Matériau étudié

3.1.1. Composition chimique

Dans notre travail, nous avons choisi un acier inoxydable duplex (austénoferritique 50/50) de la désignation UNS S31803, et selon la norme ASTM est SAF 2205.

Les analyses chimiques ont été effectuées sur l'acier duplex 22 05 au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND) par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X [36]. Les résultats de cette analyse sont inscrits dans le *Tableau 3.1*.

Tableau 3.1 : Les résultats de l'analyse chimique du métal de base UNS S 31803

Éléments	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
%	0.04	0.74	0.36	0.024	0.019	21.8	5.7	2.76	0.144	0.060

Ces résultats obtenu sont proche des analyses théorique et les primordial (la norme ASTM), *Tableau 3.2*.

Tableau 3.2 : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 22 05 selon lanorme ASTM

Éléments	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N
%	0.03	2.00	1.00	0.03	0.02	21 - 23	4.5 - 6.5	2.5 - 3.5	0.08 - 0.2

Les échantillons fournis sont des éprouvettes d'une taille uniforme, d'épaisseur 8 mm et de longueur 2.7cm

3.1.2. Structure micrographique

L'état initial du matériau étudié est caractérisé par la présence d'une structure biphasée dite en bande, constituée de deux phases, l'austénite γ (apparaît en gris clair) de structure c.f.c et la ferrite δ (apparaît en gris foncé) de structure c.c. Dans cet état, les proportions des deux phases sont respectivement de 49.68% et 50.32 %. Un examen au microscope optique de l'état initial de l'acier a permis d'obtenir la micrographie de la figure 3.1 :

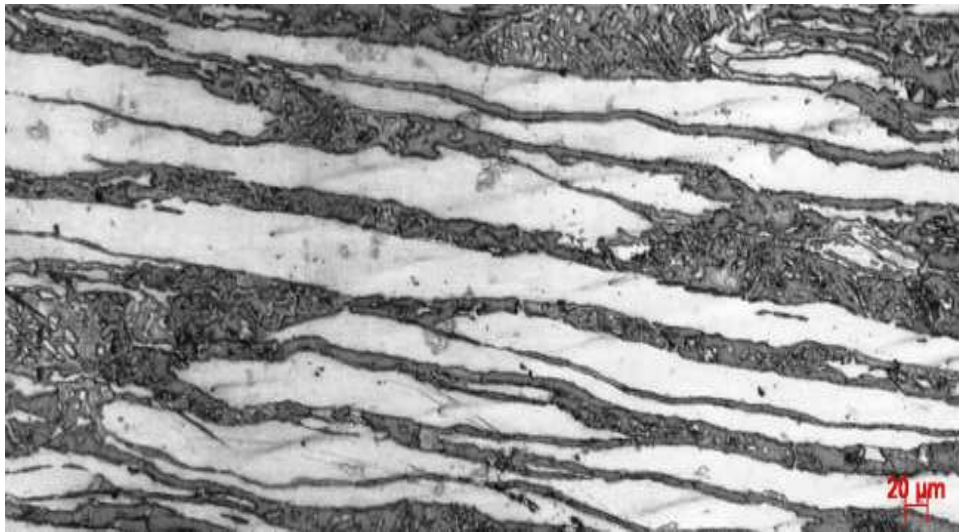


Figure 3.1 : Micrographie optique du métal de base

3.1.3. Propriétés mécaniques

Pour les caractéristiques mécaniques de cet acier (UNS S 31803), elles sont rassemblées dans le tableau 3.3

Tableau 3.3: Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.

Désignation	Re _{0.002} (MPa)	Rm(MPa)	A%	KCV daJ/cm ²	HRC
31803	523	677	36	22.5	23

3.2. Condition de soudage

Dans notre étude, le procédé de soudage a été choisi pour la réalisation d'une soudure de bonne qualité où ils ont réalisés les procédés TIG manuel et l'arc électrique avec électrode enrobée :

- Le procédé TIG (Tungstène Inerte Gaz Welding) pour la réalisation de la première passe (passe de pénétration).
- Le procédé à l'arc avec électrode enrobée pour la réalisation des autres passes (les passes de bourrage et de finition).

Le choix de ces procédés est conforme à la norme en raison de la très bonne qualité de la soudure obtenue.

Les paramètres de cette soudure ont été choisis selon la composition de métal, les

dimensions d'assemblage et des procédés utilisés. Pour notre soudure, ces paramètres sont ce qui définit par la norme ASME SECTION IX 2000 (voir l'annexe norme de soudage).

3.3. Choix de traitements thermiques

L'étude du diagramme pseudo-binaire, nous permet de décrire toutes les transformations et les états structuraux de l'acier qui peuvent être enregistrées dès l'état liquide (haute température) jusqu'à l'état solide (température ambiante). Pour cela, on les distingue comme suit :

- Au-dessus de 1480, l'acier est liquide
- Entre 1480 et 1460°C, la formation ou la précipitation de la phase ferritique δ (en alliage liquide + ferrite δ)
- Entre 1460 et 1220°C, l'acier se refroidit sans aucun changement de composition
- Au-dessous de 1220°C, l'austénite précipite jusqu'à l'état ambiante (**Figure 3.2**)

Dans l'état solide, selon un traitement thermique, la composition mixte (austénite 50% et ferrite 50% d'après la composition chimique de l'acier) peut être modifié, soit par :

- La température de maintien lors de refroidissement entre 1000 et 1350°C
- La durée de maintien à chaud et la vitesse de refroidissement.
- Un traitement thermique à des basses températures (au-dessous de 1050°C) qui favorisent la précipitation d'autres phases qui provoque la variation des taux de phases et la fragilisation par durcissement des précipités.

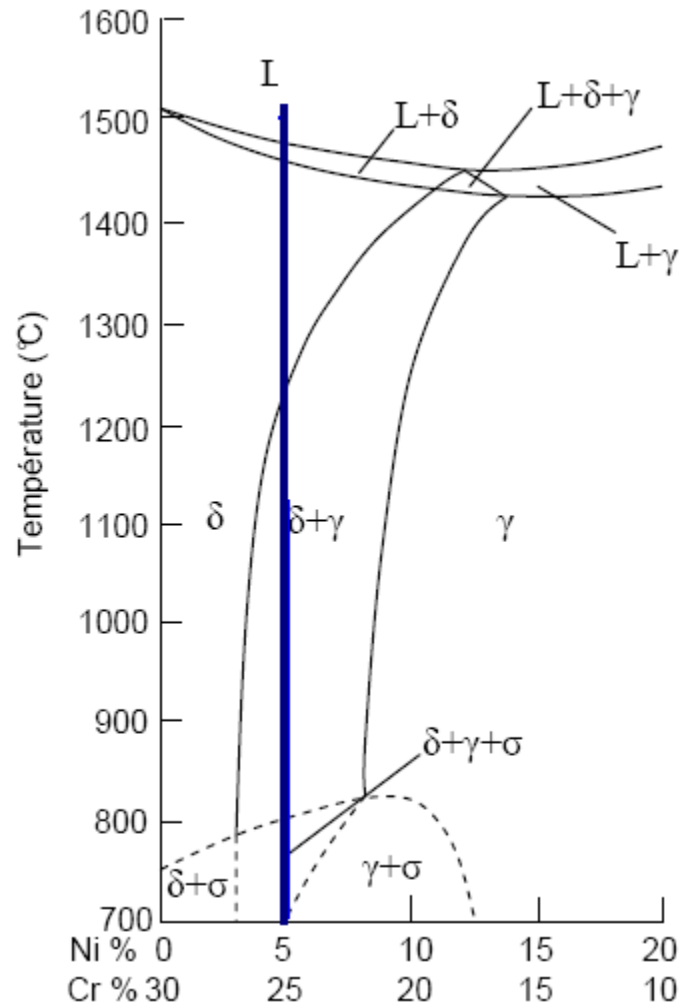


Figure 3.2. : Position relative de l'acier à étudier dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.

Choix de cycles de traitements thermiques :

Ces types de choc thermique sont effectués dans le four électrique dans le Laboratoire LSGM. Le but de ces cycles de choc thermique est d'étudier l'évolution des soudures après les chocs thermiques énergétiques et pour créer des contraintes résiduelles d'origine thermique qui permettront de simuler les conditions d'une corrosion sous contrainte, pour cela, nous avons pratiqué deux séries de 10, 30, 50 cycles d'hypertrempe.

La première série : chauffage à 1050°C et trempe à l'eau

La deuxième série : chauffage à 1200°C et trempe à l'eau. La **Figure 3.3** montre un cycle de choc thermique pour une température de chauffage de 1050°C.

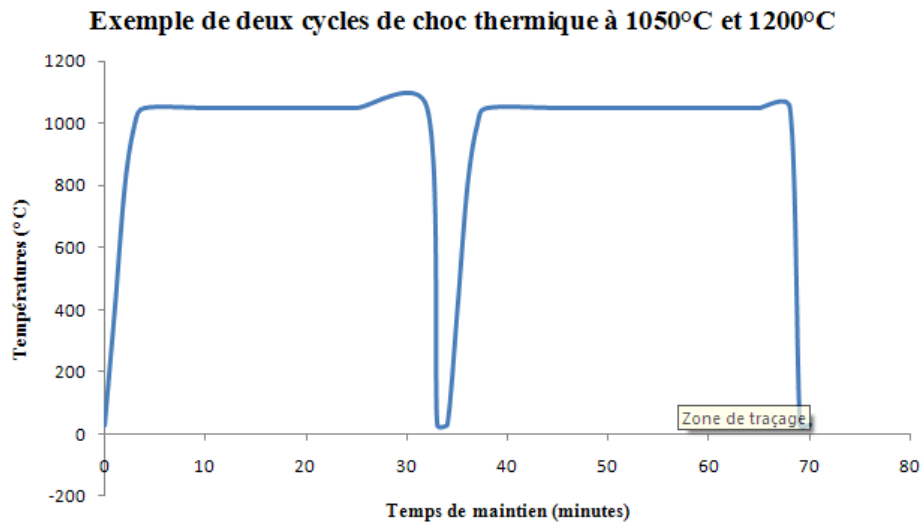


Figure 3.3 : Schéma représente exemple le cycle de choc thermique à 1050°C.

3.4. Etude métallographique

3.4.1. Découpage des échantillons

Pour effectuer ce procédé, on a découpé à froid, les échantillons à l'aide d'une tronçonneuse, de telle façon à obtenir des échantillons de dimensions sous formes de parallépipèdes de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ de section et de 200 mm de longueur (figure 3.4).

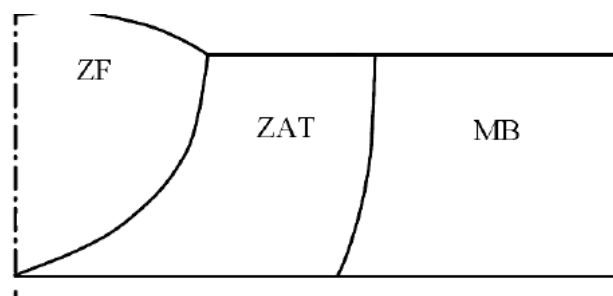


Figure 3.4 Schéma montrant la forme découpée des échantillons

3.4.2. Préparation Métallographique

Notre Préparation métallographique consiste tout d'abord à effectuer un polissage et une attaque électrolytique.

a) Le polissage

Les échantillons enrobés à froid ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (120, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200) sous lubrification d'eau.

Un polissage de finition est effectué en dernier sur un feutre avec une suspension d'alumine de $3\mu\text{m}$. Les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés à l'air avant d'être attaqués.

b) L'attaque électrolytique

On a attaqué les surfaces à observer pour pouvoir distinguer les joints de grains et les phases présentes. L'attaque utilisée est l'attaque électrolytique au KOH, cette attaque permet de révéler les joints de grains austénitiques et ferritiques. L'appareillage se compose d'un bûcher contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable et une source de courant continu (figure 3.5).

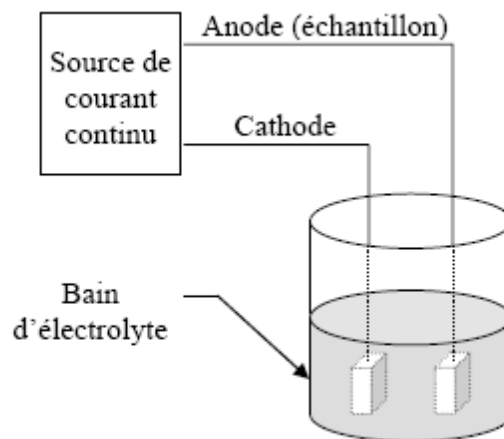


Figure 3.5 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.

Les paramètres de l'attaque électrolytique sont :

- Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H₂O)
- Tension : 6 V
- Temps : 25 secondes

c) Observation microscopique

Lors de l'observation microscopique on a utilisé le microscope optique Microscope trinoculaire euromax équipé d'une caméra CMEX pour l'aquisition des micrographies sous format numérique (JPEG)



Figure 3. 6 -Microscope trinoculaire euromax

d)Essai de microdureté

L'essai de microdureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 100g avec un microduromètre de marque mitutoyo(figure 3.7). Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans la zone affectée thermiquement et dans la zone fondue. Les essais ont été réalisés avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.



Figure 3.7 : Machine de microdureté vikers HM-100

Les positions des empreintes choisies sont indiquées dans la figure 3.8

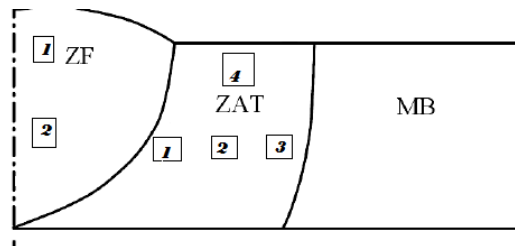


Figure 3.8 : Les positions des empreintes dans la zone ZF et ZAT

3.5. Essai de polarisation

3.5.1. Description de montage

L'essai électrochimique est assuré par la méthode de polarisation. Le potentiostat fournit une différence de potentiel continue U entre les bornes de l'électrode de travail et l'électrode de référence.

Les expériences électrochimiques sont effectuées dans une cellule en verre, de forme cylindrique d'une contenance de 200 ml, la cellule est surmontée d'un couvercle muni de cinq rodages, permettant de placer en position fixe et reproductible les électrodes de travail ET, de référence ER et l'électrode auxiliaire (ou contre électrode) CE.

Le montage utilisé est un montage classique à trois électrodes (électrode de travail, de référence et auxiliaire). Ce montage est constitué de deux circuits électriques de mesure :

- ✓ Un premier circuit permet la mesure du potentiel de l'électrode de travail ET par rapport à celui de l'électrode de référence ER.
- ✓ Un deuxième circuit permet la mesure de l'intensité du courant électrique entre ET et la contre électrode CE.



Figure 3.9. : voltamètre voltalab

3.5.2. Conditions des essais

L'étude a été faite dans une solution de NaCl de 0.3%. Les différentes expériences ont été faites à la température ambiante. La solution a été préparée comme suit : on a mesuré 30 g de NaCl et on a complété le volume jusqu'à 1000 cm³. L'appareil utilisé est voltamètre voltalab équipé d'une cellule électrochimique à 3 électrodes. L'électrode de référence est une électrode au calomel saturé, la contre électrode est au platine. Le système est informatisé.(figure 3.9)

Pour le traçage des courbes de polarisation nous avons travaillé avec les conditions suivantes :

Solution : NaCl 0.3% ; solution neutre et aérée

Surface exposée : 1,5 cm²

Electrode de référence : Calomel saturé (ECS) ayant un potentiel standard de 244mV/ENH

Contre électrode : platine

Vitesse de balayage de potentiel : 2.5 mV/sec (150mV/min)

Potentiel de début : -1000 mV/ECS

Potentiel de fin : 500 mV/EC

Les paramètres de l'essai sont montrés dans la figure 3.10

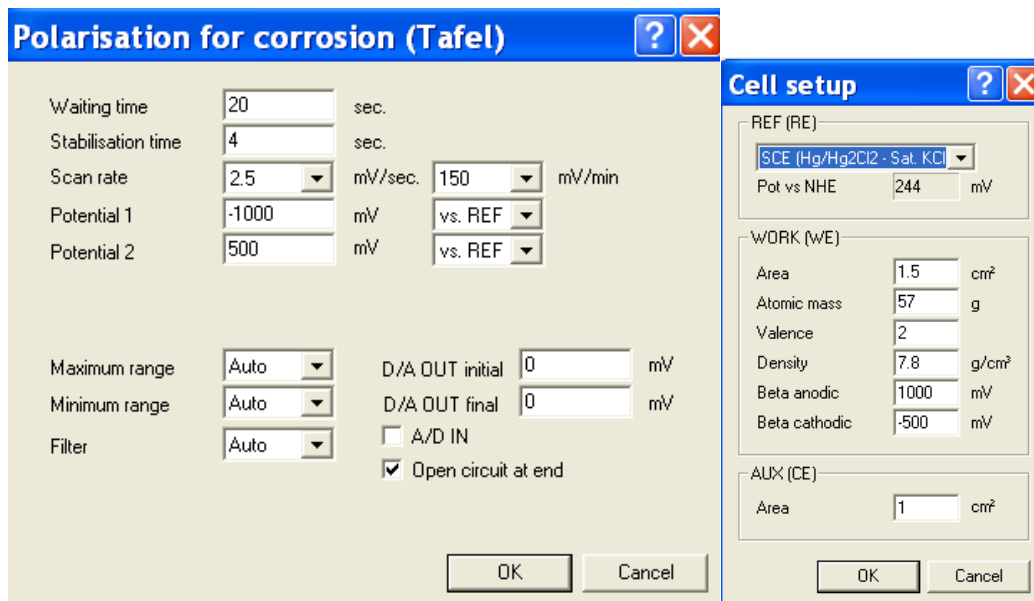


Figure 3.10 Les paramètres de la polarisation

3.6 Essais de corrosion sous contrainte

3.6.1. Préparation de la solution d'immersion

La solution choisie est composée d'un mélange Na Cl et de Na₂S.9H₂O. C'est une solution agressive qui peut amorcer la fissuration en 72h max. La préparation de la solution a été faite de la manière suivante :

- NaCl 150 g
- Na₂S 50 g
- H₂O 1000 cm³

3.6.2. Réalisation de l'essai de corrosion

Pour réaliser l'essai de corrosion sous contrainte résiduelle, les échantillons en acier duplex 2205 soudés et traités sont immergés dans la solution NaCl.Na₂S pendant 68 heures. La température de la solution d'immersion est maintenue à 170°C à l'intérieur une étuve.

Chaque échantillon est immergé séparément dans le but de révéler la morphologie des attaques de corrosion et une éventuelle apparition de fissures dans les trois zones de la soudure de notre matériau. Après immersion, la surface de chaque échantillon est examinée par microscopie optique.

4. Résultats expérimentaux

4.1. Etat initial (de référence)

L'état de référence est défini de la manière suivante : l'acier a subi un traitement thermique d'hypertrempe de 1150°C. la soudure a été réalisée par le procédé TIG décrit dans le chapitre précédent.

4.1.1. Métal de base

Après soudage le métal de base conserve sa structure initiale, qui est une structure biphasée, les deux phases austénitique et ferritique se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage (figure 4.1).

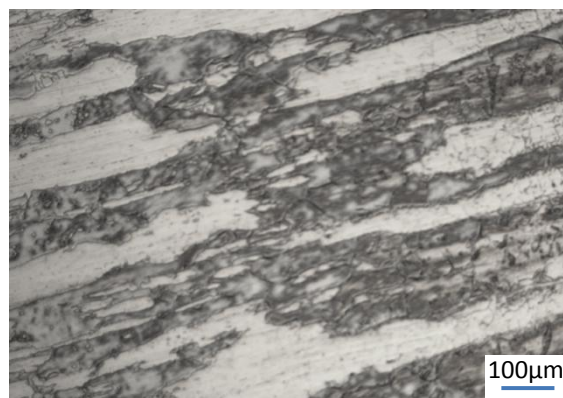


Figure 4.1 : Micrographie optique du métal de base G x 200.

4.1.2. La zone affectée thermiquement

La figure 4.2 montre la structure de la zone affectée thermiquement. C'est une structure granulaire de recristallisation des deux phases plus ou moins grossière. La structure en bande a disparu.

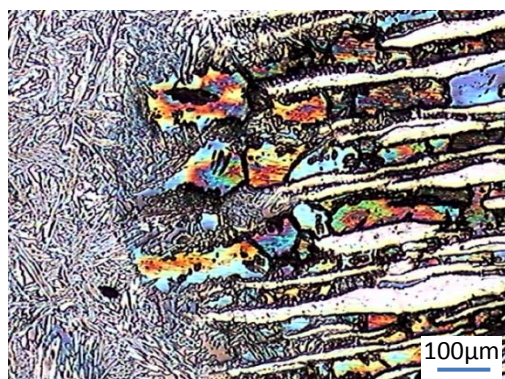


Figure 4.2: Structure de la zone affectée thermiquement. G x 200

4.1.3. La zone fondue

La zone fondue a une structure biphasée aciculaire de type Widmanstätten. L'austénite se trouve dans les zones interdendritiques de la ferrite. Les dendrites se présentent en plusieurs directions avec des tailles différentes. La figure 4.3 montre une structure typique des soudures des aciers duplex..

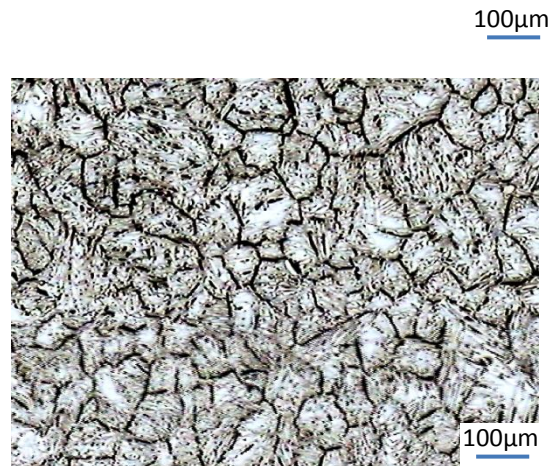


Figure 4.3: Structure de la zone fondue G x 200.

4.2. Effets des cycles thermiques sur la structure

4.2.1. Cycles de choc thermiques à 1050°C

Les chocs thermiques comme on les a expliqués dans la partie « procédure expérimentale », ont une grande influence sur les morphologies de la microstructure et sur la fraction de la ferrite dans les trois zones de la soudure. Lorsque le nombre de cycle des chocs augmente, les changements sont très significatifs, et exceptionnellement dans la zone fondue, on remarquera une précipitation de la phase sigma.

a) Métal de base (MB)

Les effets de cycle de chocs thermiques sur l'acier duplex (métal de base) sont sensiblement remarquables, les figures 4.4. jusqu'à 4.6 illustrent les changements structuraux selon le nombre de cycle. L'austénite évolue vers un réseau continu et parallèle de grains comme si de nombreux grains sont collés entre eux avec la disparition de leur interface. Parallèlement à ces réseaux, nous constatons la présence de l'austénite dans les grains de ferrite. La ferrite se présente sous la forme de grains plus fins comme si elle a subi une fragmentation. Ces grains fins sont sous forme d'un réseau continu parallèle au réseau des grains d'austénite.

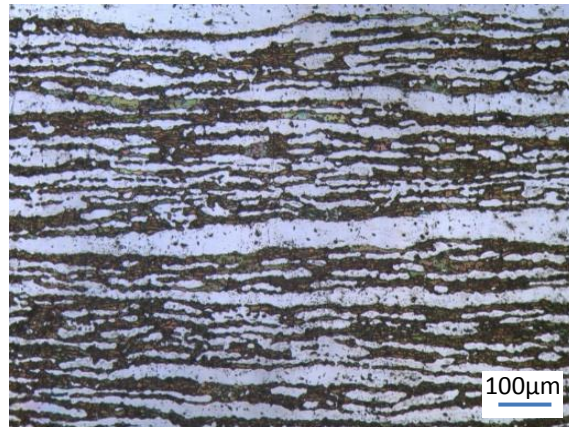


Figure 4.4: Le MB pour 10 cycles. G x 200

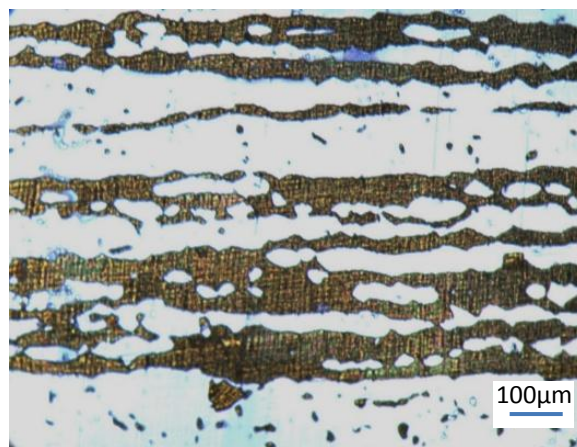


Figure 4.5: Le MB pour 30 cycles. G x 200



Figure 4.6: Le MB pour 50 cycles. G x 200

b) La zone affectée thermiquement (ZAT)

Dans cette zone (ZAT), les effets des cyclage thermique sur la microstructure sont très significatifs : constitution des réseaux continus de l'austénite et fragmentation de la ferrite en

grains très fins. A la différence avec le métal de base, le réseau d'austénite n'est pas parallèle avec la ferrite mais distribué dans le volume. Ceci est dû à la structure initiale de la zone affectée (*Figure 4.7 à 4.9*).

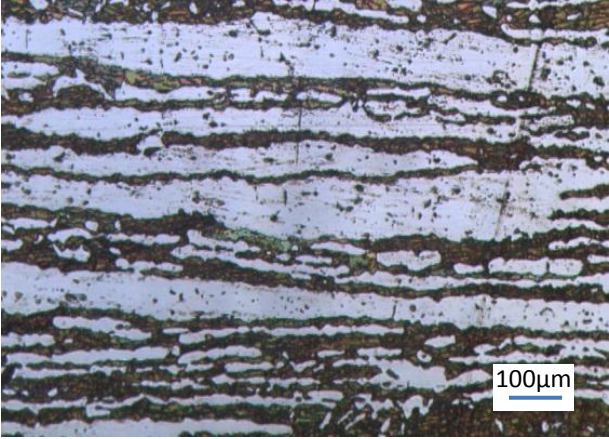


Figure 4.7: La ZAT pour 10 cycles.G x200

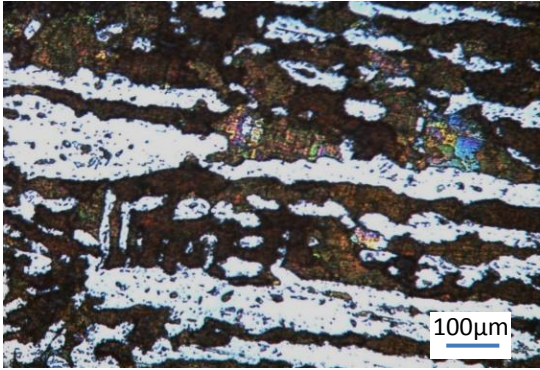


Figure 4.8 : La ZAT pour 30 cycles. G x 200

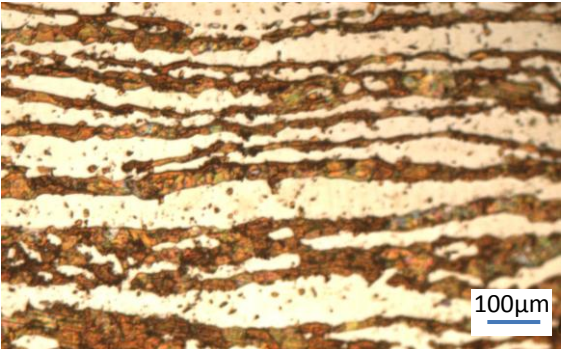
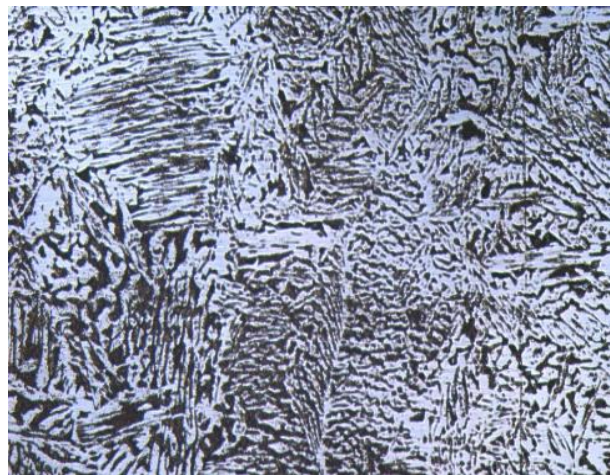


Figure 4.9 : La ZAT pour 50 cycles. G x 200

c)La zone fondue après les hypertrempes (ZF)

Dans la zone fondue, les effets du cyclage thermique se traduisent par la disparition progressive de la structure aciculaire avec un grossissement des grains des deux phases, par effets de (Figure 4.10,4.11 et



structure aciculaire des grains des deux phases, par effets de coalescence. (Figure 4.12).

100µm

Figure 4.10: La ZF pour 10 cycles. Gx200

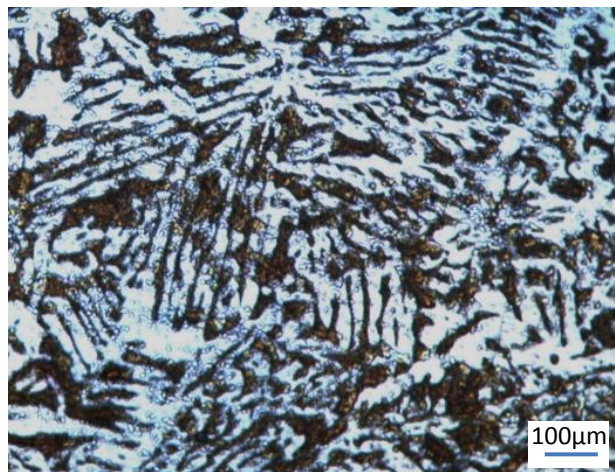


Figure 4.11: La ZF pour 30 cycles.Gx200

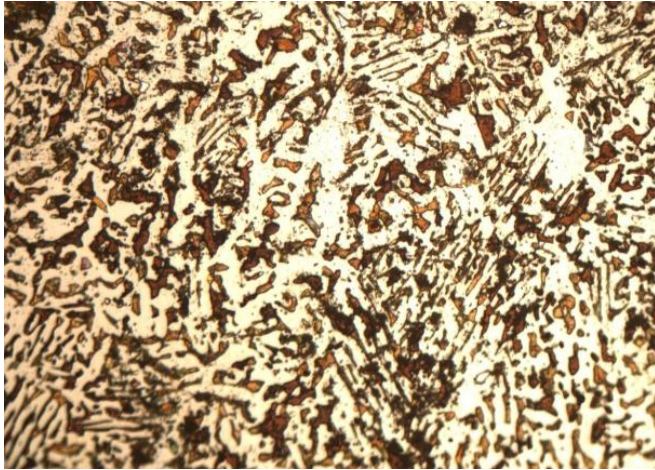


Figure 4.12: La ZF pour 50 cycles.Gx200

4.2.2. Cycles de choc thermiques à 1200°C

A 1200°C, les cycles de choc thermiques affectent de la même manière que dans le cas des cycles à 1050 °C la microstructure de la soudure mais les effets sont plus importants.

a)Le métal de base

Dans cette zone, Les chocs thermiques ont un effet considérable sur la morphologie des grains. La constitution des réseaux continus et parallèles des deux phases. Contrairement à 1050 °C, nous ne constatons pas la fragmentation de la ferrite.

(Figure 4.13, 4.14, et 4.15)

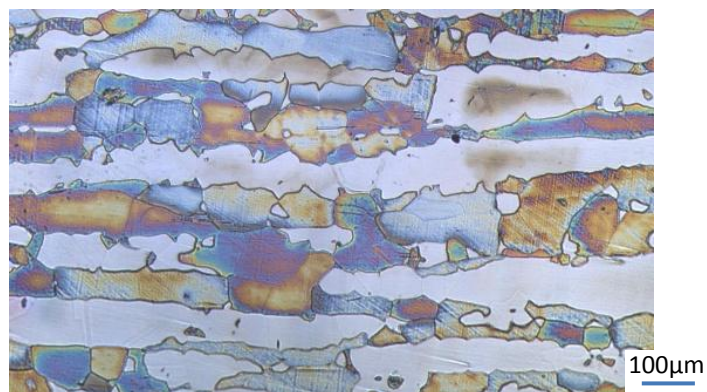


Figure 4.13: La MB après 10 cycles à1200°C

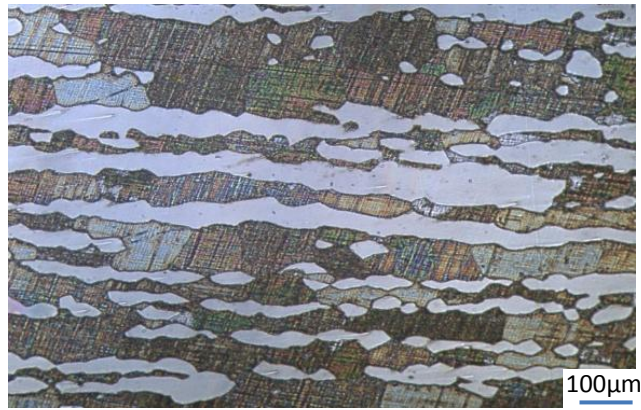


Figure 4.14 : La MB après 30 cycles à 1200°C

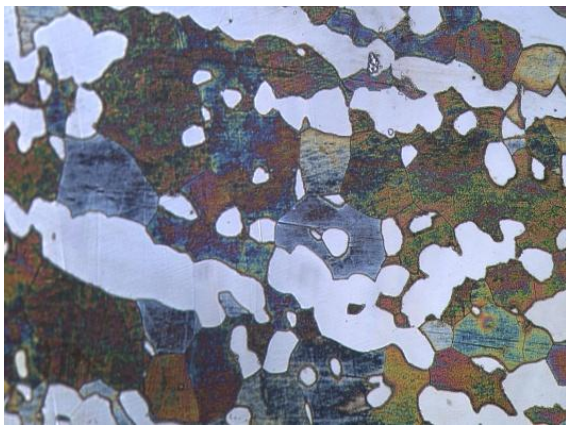


Figure 4.15: La MB après 50 cycles à 1200°C

b) La zone affectée thermiquement

Dans cette zone (ZAT), lorsque le nombre de cycles de choc thermique augmente, la structure aciculaire disparaît complètement après les premiers cycles. Les deux phases ont une distribution normale dans le volume. Figure (4.16, 4.17 et 4.18).

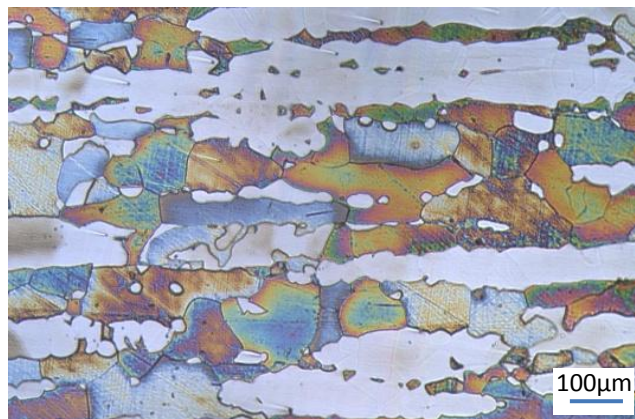


Figure 4.16: La ZAT après 10 cycle à 1200°C



Figure 4-17 : La ZAT après 30 cycles à 1200°C

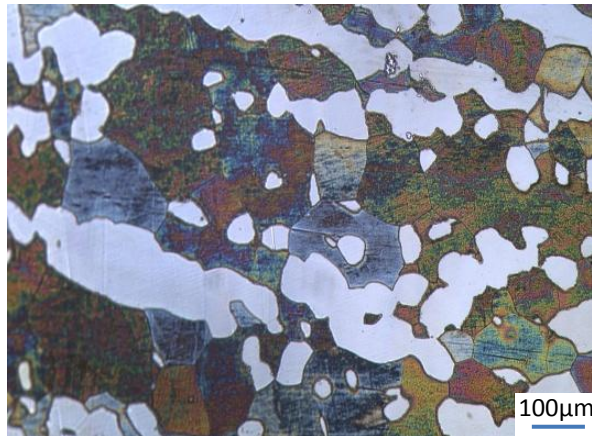


Figure 4.18 : La ZAT après 50 cycles à 1200°C

c) La zone fondue (ZF)

Dans cette zone, on constate la disparition progressive de la structure aciculaire de la même manière qu'à 1050 °C. Les variations sont plus rapides à 1200°C. (*Figure 4.19, 4.20 et 4.21*).

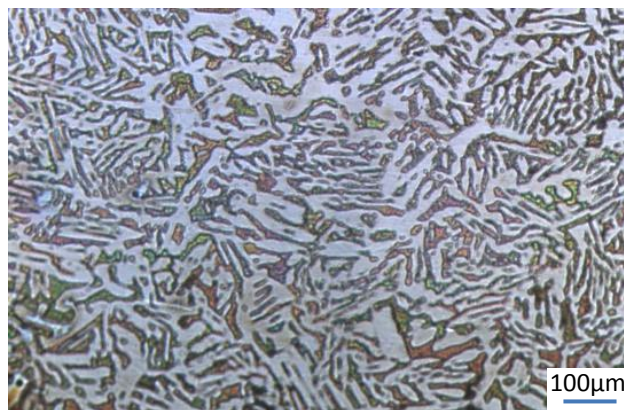


Figure 4.19 : La ZF après 10 cycles

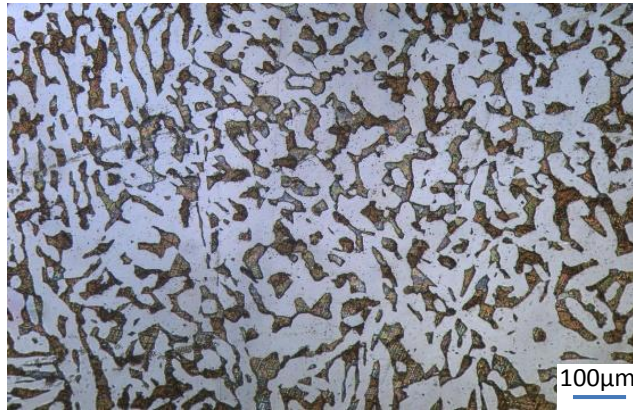


Figure 4.20: La ZF après 30 cycles

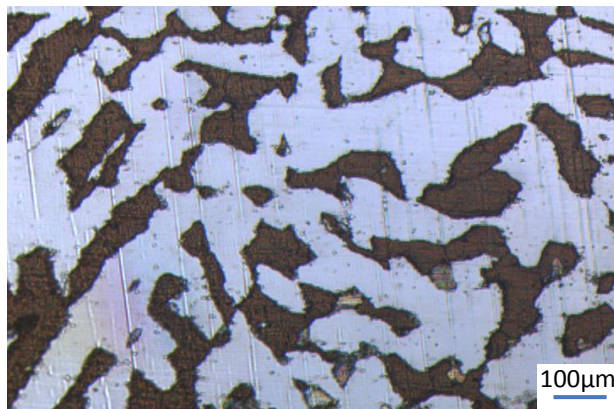


Figure 4.21: La ZF après 50 cycles

4.3. Effets des cycles thermiques sur la micro dureté

Nous avons constaté des changements dans les valeurs de la dureté des phases au cours des cycles d'hypertrempe. Les deux phases subissent un durcissement.

4.3.1. La zone fondue

Dans le tableau 4.1 nous présentons les valeurs de la micro dureté de la zone fondue après 10, 30, et 50 cycles aux températures de trempe de 1050 et 1200°C. le durcissement à 1200°C semble plus important.

Tableau 4.1 Effets des chocs thermiques sur le durcissement de la zone fondue.

N(Cycles) T (°C)	0	10	30	50
1050	291	295	302	307
1200	291	297	305	311

4.3.2. La zone affectée thermiquement

Dans la zone affectée, les deux phases subissent un durcissement au cours des cycles de chocs thermiques appliqués. Le durcissement est plus important à 1200°C .et est plus marqué dans la ferrite (tableau4.2).

Tableau 4.2 Effets des chocs thermiques sur le durcissement des phases dans la ZAT.

N(Cycles) T (°C)	Phases	0	10	30	50
1050	Austénite	254	261	274	283
	Ferrite	287	293	306	312
1200	Austénite	254	273	281	302
	Ferrite	287	298	313	323

4.4. Résultats des essais de polarisation

Dans le but d'étudier les effets des cycles de chocs thermiques sur la résistance à la corrosion des soudures, nous avons réalisé des essais électrochimiques de polarisation dans une solution 0.3 % de NaCl.

4.4.1. Courbes électrochimiques E(i)

a) Effets des chocs thermiques à 1050 °C

Les courbes correspondantes a 10, 30 et 50 cycles de chocs thermiques montrent que plus le nombre de cycles augmente plus la résistance à la corrosion est faible (figure4.22).

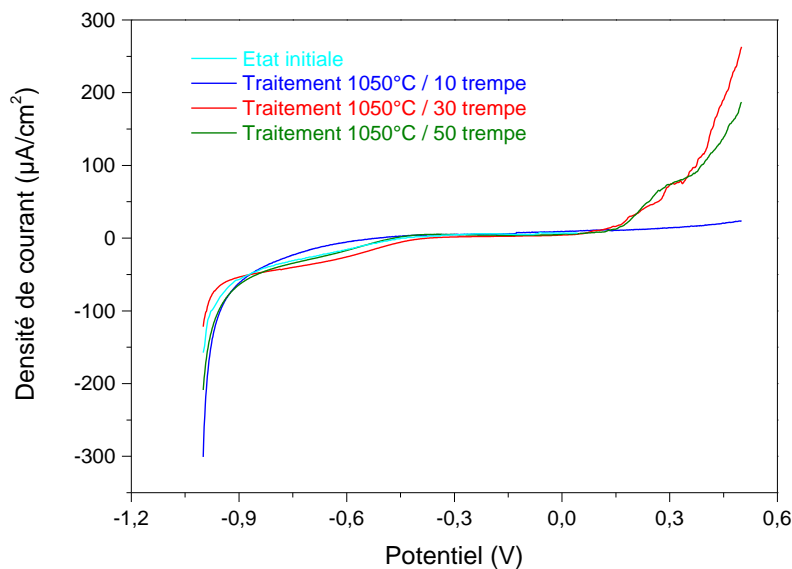


Figure 4.22 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1050°C.

b) Effets des chocs thermiques à 1200 °C

Les mêmes observations peuvent être faites dans le cas des cycles de chocs à 1200°C. En comparant les résultats, nous constatons que la température d'hypertrempe n'a pas d'effet sur la résistance à la corrosion (figure4.23).

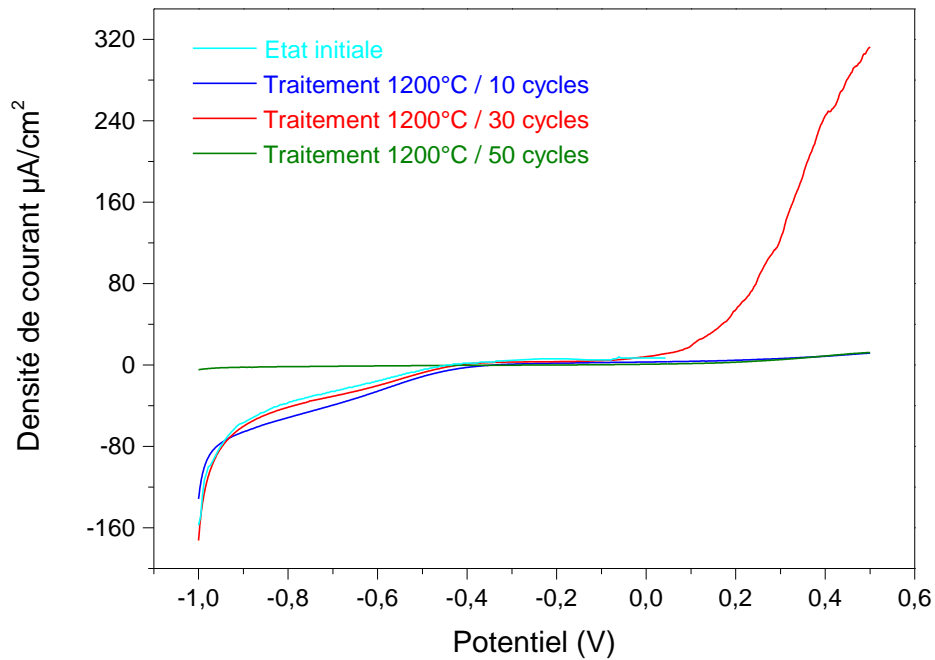


Figure 4.23 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1200°C.

4.4.2. Courbes de Tafel

a) Effets des chocs thermiques à 1050 °C

La figure 4.24 montre que les cycles thermiques appliqués à 1050 °C ont un effet sur le potentiel de corrosion et sur la vitesse de corrosion. La résistance à la corrosion décroît avec le nombre de cycles. La vitesse de corrosion augmente.

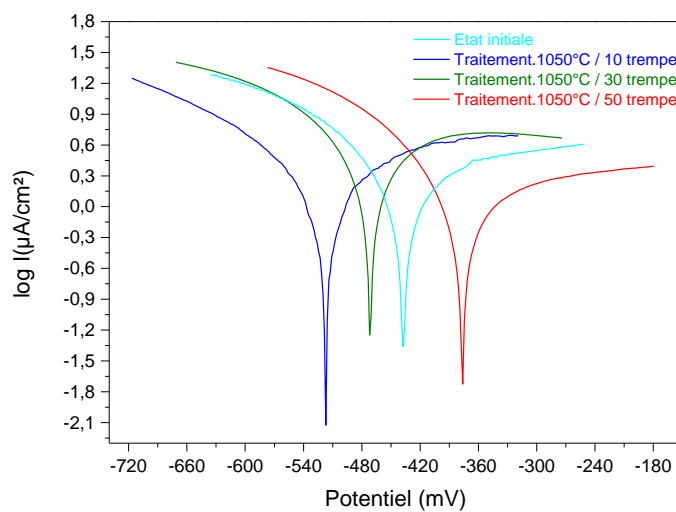


Figure 4.24 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1050°C

b) Effets des chocs thermiques à 1200 °C

Dans le cas des cycles à 1200°C, la résistance de la soudure se détériore plus après 50 chocs thermiques.

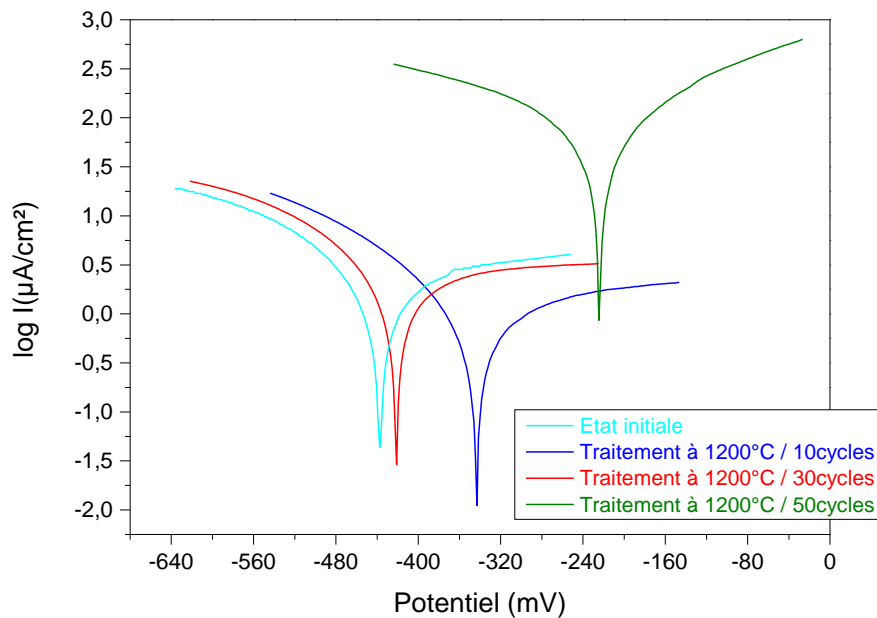


Figure 4.25 : Courbes de polarisation des cycles thermiques à 1200°C

c) Effets des températures d’hypertrempe

La comparaison des résultats après 10 et 50 cycles montre que les chocs thermiques à partir de 1200°C ont un effet plus important sur la résistance à la corrosion de la soudure. Les résultats correspondants à 30 cycles sont contradictoires (figures 4.26 à 4.28).

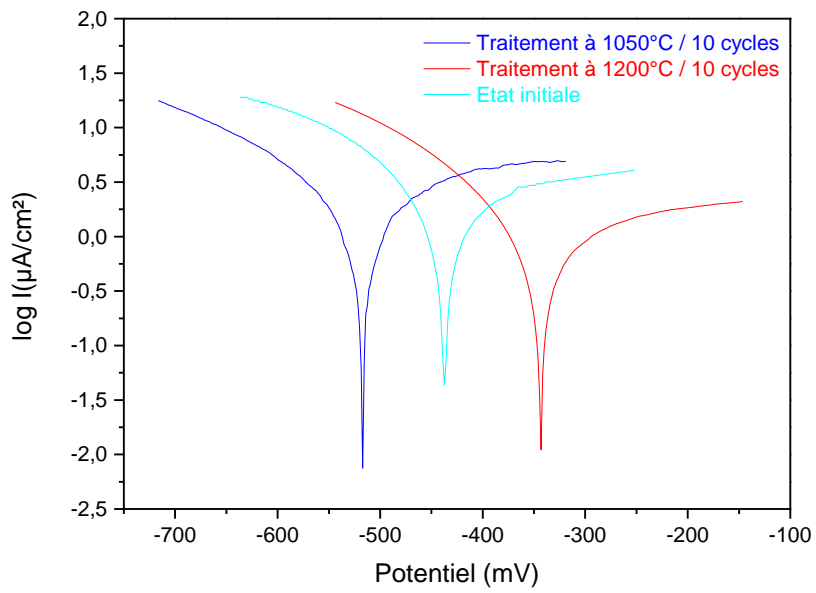


Figure 4.26 : Comparaison des courbes de Tafel à 10 cycles de chocs thermiques.

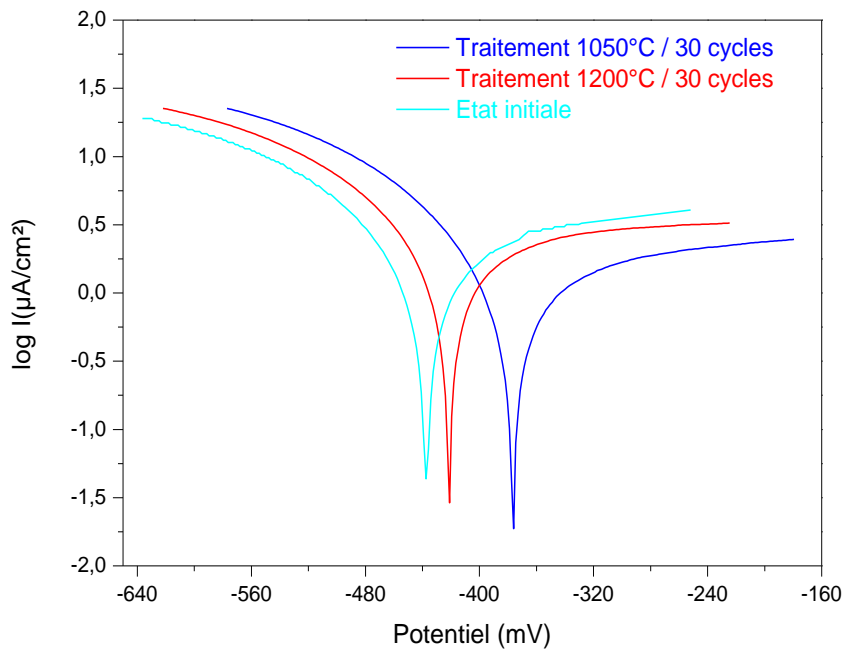


Figure 4.27 : Comparaison des courbes de Tafel à 30 cycles de chocs thermiques

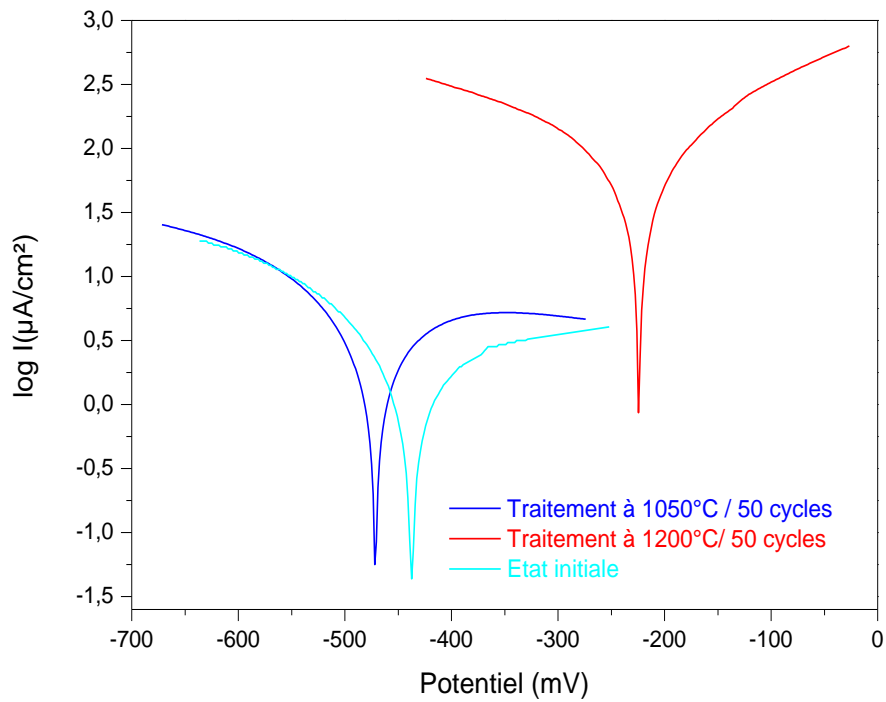


Figure 4.28 : Comparaison des courbes de Tafel à 50 cycles de chocs thermiques

4.5.Fissuration par corrosion sous contrainte

Les essais de corrosion dans une solution de NaCl.Na₂S à 170°C des soudures qui ont subi des chocs thermiques respectivement de 1050 et de 1200°C ont provoqué une fissuration importante après 68 heures. Cette fissuration est de type intra et intergranulaire. L'amorçage se produit après un certain nombre de cycles (figure 4.29 à 4.33).

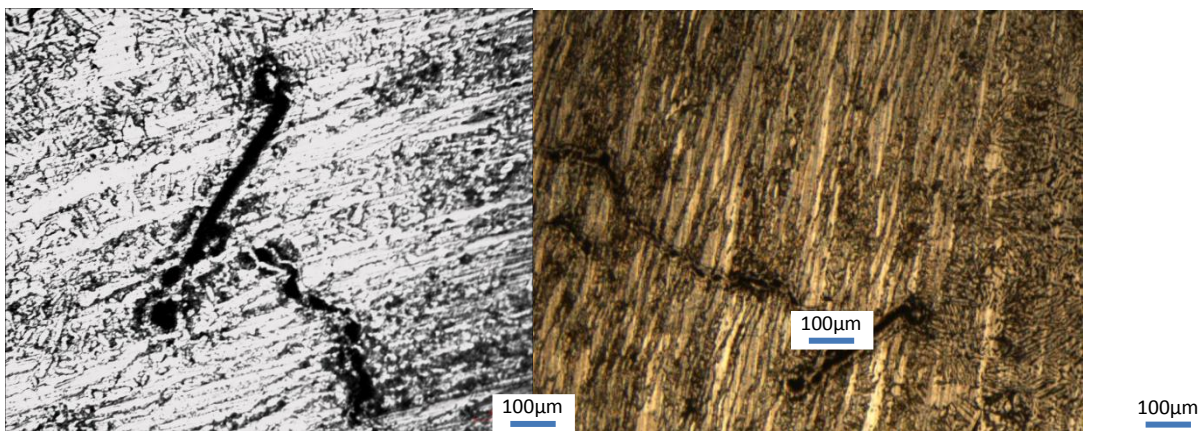


Figure 4.29 : Fissures dans la ZAT après 30cycles à 1050°C

La fissuration se produit dans les trois zones de la soudure, elle est plus importante dans le cas des hypertrempes à 1200°C. Les fissures sont plus longues et se développent dans le plan avec des bifurcations. Nous avons constaté que la fissure ne garde pas la même direction dans son déplacement.

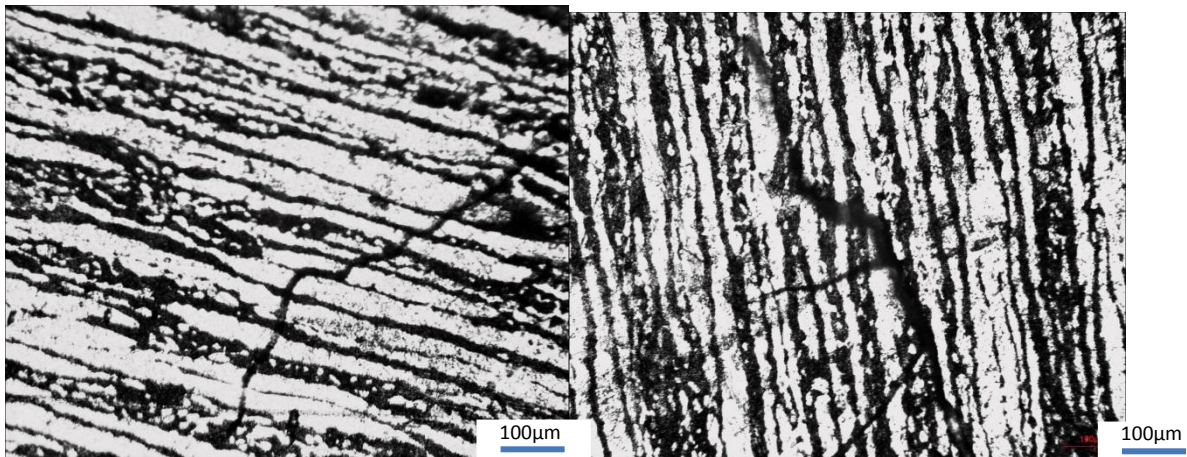


Figure 4.30 : Fissures dans la ZAT après 50 cycles à 1050°C.

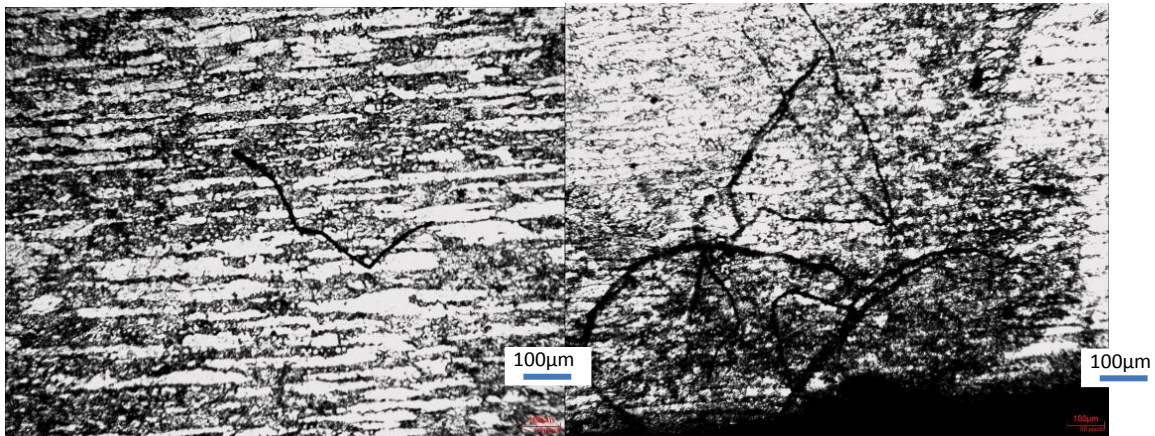


Figure 4.31: Des fissures après 10 cycles à 1200°C.

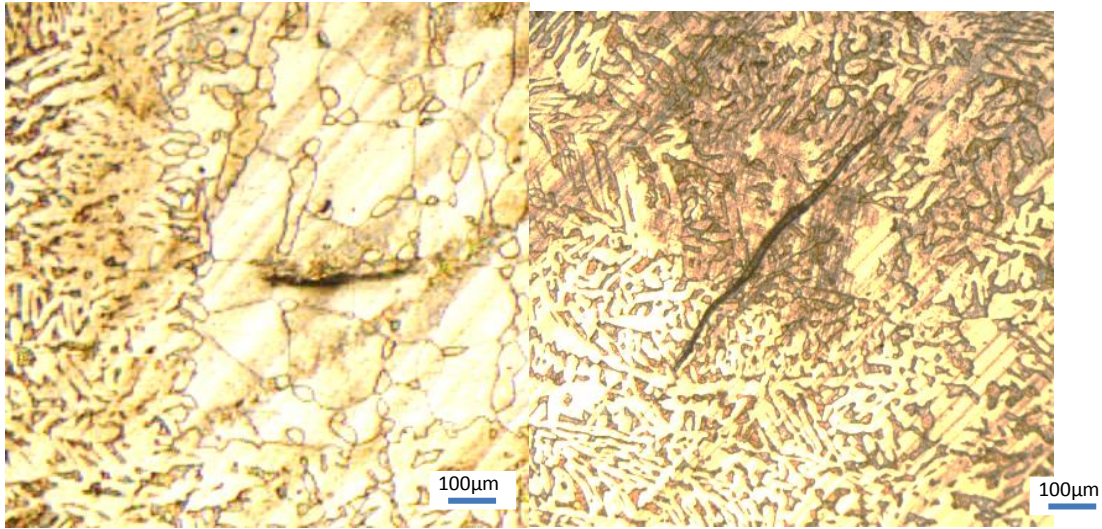


Figure 4.32: Des Fissures après 30 cycles à 1200°C.

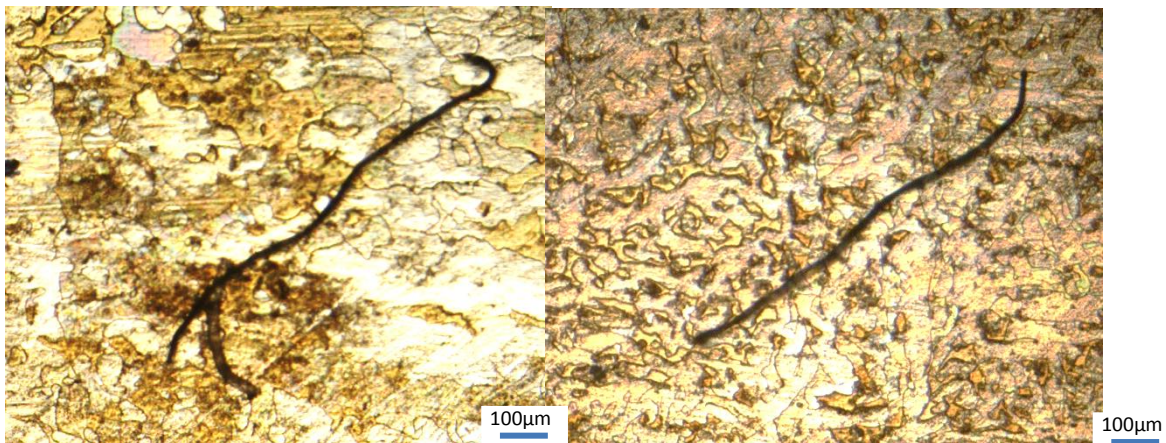


Figure 4.33 : Des Fissures après 50 cycles à 1200°C.

4.6. Conclusion

Les résultats obtenus dans notre travail montrent qu'aux cours des chocs thermiques (les hypertrempe), la soudure subit des changements structuraux (par l'évolution de la forme et de la taille des deux phases et par l'abaissement de taux de ferrite lors de vieillissement et au cours du cyclage thermique). Ces changements influent directement sur les propriétés mécaniques de la soudure. Le cyclage de choc thermique suivi d'immersion dans la solution NaCl+Na₂S.

Lors du soudage, le métal est affecté par des faibles modifications thermiques (température < à 500°C) donc, la zone subira une faible déformation de taux de ferrite et une légère diminution la dureté due au faible décroissement de ferrite qui va durcir le matériau.

La soudure est effectuée par passes, alors, la ZAT dans la première passe est très large comparée aux deux passes de remplissage et de finition, car le flux thermique est plus grand dans la zone de la première passe que dans les deux dernières (la première passe reste plus chaude longtemps que les autres),

La ZF est la zone qui a subit les hautes températures (état fondu), la composition chimique de cette zone correspond à une structure riche en ferrite, le refroidissement très rapide conduit à une structure aciculaire avec un taux de ferrite supérieur à 50% et une dureté élevée car la densité des joints des grains très plus importante.

Les cycles de chocs thermiques :

Au cours des chauffages et des refroidissements successives se produit des précipitations de la phase γ_2 qui se produisent dans l'intervalle 800-600 °C. Cette précipitation se produit au sein de la ferrite δ (intragranulaire) et à l'interface δ/γ (intergranulaire). La phase γ_2 est difficile à distinguer de l'austénite primaire γ_1 . La précipitation de γ_2 engendre l'augmentation du taux d'austénite donc la diminution du taux de la ferrite δ .

Dans le cas où des cycles à 1200 °C, le taux de ferrite au cours du chauffage, est plus élevée donc la diminution de ce taux, par suite de la précipitation de γ_2 , sera plus faible.

Les contraintes résiduelles thermiques

Les contraintes résiduelles dues aux chocs thermiques se développent et ont un effet accélérateur sur ces transformations. Elles sont responsables de l'amorçage et de la propagation de la fissuration. Cette dernière se développe dans la ferrite δ et dans les joints δ/γ

Pour conclure, nous pouvons affirmer que les effets du cyclage de chocs thermique sur la soudure duplex sont

- Grossissement des grains ferritique et austénitique par diffusion. La structure aciculaire dans la ZF disparaît pour une nouvelle structure plus équilibrée.
- Augmentation puis diminution progressive du taux de ferrite
- Concentration de contraintes résiduelles
- Formation d'une fissuration intra et intergranulaire
- Augmentation de la dureté

Conclusion Générale

Au cours de notre étude, nous avons caractérisé l'état microstructural et le comportement en corrosion sous contrainte résiduelle d'une soudure en acier duplex de nuance 2205. Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés aux effets des contraintes thermiques engendrées par les cycles de trempe sur la résistance de la soudure en acier duplex 2205 à la fissuration.

Les résultats de l'étude métallographique nous ont permis de constater :

- La structure biphasée de notre matériau de référence,
- L'évolution des deux phases (austénite et ferrite) dans les trois zones de la soudure en particulier le changement morphologique dans la ZAT et la ZF,
- Après les cycles de chocs thermiques à 1050°C et 1200°C, nous avons constaté un changement dans la morphologie de la ferrite, en particulier dans la ZAT ce qui est expliqué par la transformation de la ferrite en phases intermétalliques,
- Le durcissement repéré par l'essai de micro dureté, est attribué aux effets de contraintes résiduelles dues aux cycles thermiques ainsi que la formation de phases intermétalliques durcissantes.

Au terme de notre travail, nous avons pu tirer des conclusions sur la résistance à la corrosion fissurante du duplex 2205 via des essais de corrosion sous contrainte résiduelle par immersion dans une solution NaCl.Na₂S portée à la température 170°C. Dans ces conditions, la bibliographie prévoit la formation de fissures après 72h d'immersion. Dans notre étude, nous avons obtenus des résultats satisfaisants après 68 heures d'immersion. L'observation microscopique après immersion nous a permis d'examiner l'état de surface et de caractériser la fissuration intra et intergranulaire provoquées par les chocs thermiques.

Ces résultats permettent d'être mieux affinés et ce travail nécessite d'être poursuivi afin de répondre à des questions qui disposent le cadre de nos travaux. Nous recommandons les domaines de recherche suivants :

- 1- Prolonger le temps de traitement à des durées plus élevées,
- 2- Utilisation des moyens de caractérisations fine pour étudier l'évolution de la microstructure (MEB, diffraction des rayons X, DSC)
- 3- Caractérisation mécanique traction, résilience et dureté de la soudure en duplex 2205 après cycles de chocs thermiques,
- 4- Effectuer des mesures sur les fissures par analyse d'images.

Références bibliographiques

[1] P.Lacombe, B.Baroux, G.Béranger

Les aciers inoxydables, Editions Physique, 1990.

[2] V.Calonne

Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.

[3] J.Variot

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques et la fabrication d'appareils en aciers austéno-ferritiques, METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre 1984

[4] M. Colombié.

"Aciers inoxydables", Techniques de l'Ingénieur, M320, 1991

[5]P.J.Cunat

Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, Mars 2000.

[6] A.Desestret, R.Mayoud

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril 1984

[7] W.Zhang

Probing Heat transfer, fluid flow and microstructural evolution during fusion welding of alloys, PhD thesis, The Pennsylvania State University, August 2004

[8] R.N.Gunn

Duplex Stainless Steel, Microstructure, properties and applications, 2000.

[9]H. GRANJON.

Bases Métallurgiques du soudage. Publications de la Soudure Autogène.

[10] LEXAL. SAF

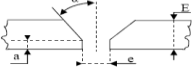
Consommables pour le Soudage des Aciers Duplex. LEXAL. SAF

[11]L. DEPRADEUX.

Simulation numérique du Soudage. Thèse de Doctorat. INSA LYON.Mars 2004

- [12] **Technique d'ingénieur** – Aciers inoxydables – Propriétés. Résistance à la corrosion – **m 4541.**
- [13] **Pierre LAGHOUTARIS** – corrosion sous contrainte de l'alliage 600 – **6 février 2009.**
- [14] **Technique d'ingénieur** – Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages – **m150**
- [15] **Nestor PEREZ** - Electrochemistry and corrosion science – **2004.**
- [16] **E. MCCAFFERTY** - Introduction to corrosion science – **2010.**
- [17] **H.S. KHATK – Baldev Raj** – Corrosion of austenitic stainless steel – **2002**
- [18] **Gérard BERANGER** – Corrosion des métaux et alliages – **2002.**
- [19] **S. S. M. Tavares, V. F. Terra** Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803, Journal of Materials Science, 2005
- [20] **T. A. Palmer, J.W. Elmer, and Joe Wong** In situ observations of ferrite-austenite transformations in duplex stainless steel weldments using synchrotron radiation, Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 7 N° 3 2002.
- [21] **P.J.Cunat** Aciers inoxydables: Fabrication, Techniques de l'ingénieur, M4543, Décembre 2000.
- [22] **I. Virkkunen** Thermal fatigue of austenitic and duplex stainless steel, These of doctor of science, Helsinki University of Technology, 2001
- [23] **Brian Ralph** - Corrosion science and technology – **2000.**
- [24] **Metals handbook volume 13A** – corrosion: fundamentals, testing, and protection – **2003.**
- [25] **Corrosion science** – Effects of prior cold work and sensitization heat treatment on chloride stresscorrosion cracking in type 304 stainless steels – **2001.**

Annexe 1/2

GTP	Welding Procedure Specification	Page 1/2																																	
Title: WELDING OF DUPLEX PIPING 22% Cr																																			
Welding processes: GTAW-SMAW		Joint preparation:  <p>E: Thickness Joint design α angle : $\alpha = 37.5^\circ \pm 2.5$ Root Face : $a = 1.6 \pm 0.8$ Root Gap $e = 2.6 \pm 1.6$ Backing material : N/A Forme : Dimensions</p>																																	
Base Metal <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">type</th> <th rowspan="2">grade</th> <th colspan="2">Φ(")</th> <th colspan="2">Thickness (mm)</th> </tr> <tr> <th>Mini</th> <th>Maxi</th> <th>Mini</th> <th>Maxi</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A790</td> <td>S31803</td> <td>1/2</td> <td></td> <td>3.17</td> <td>12.7</td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table>			type	grade	Φ (")		Thickness (mm)		Mini	Maxi	Mini	Maxi	A790	S31803	1/2		3.17	12.7																	
type	grade	Φ (")			Thickness (mm)																														
		Mini	Maxi	Mini	Maxi																														
A790	S31803	1/2		3.17	12.7																														
Other : Equivalent steels Piping fittings		Preparation: by cutting, bevelling and grinding remove all excess oxide rust paint and grease 25mm each side of preparation Other : Fillet Weld Qualification All thicknesses , all fillet size and diameters Gas: Shielding gas(es) percent comp. : Ar 99.99% Flow Rate (l/min) : 10.0-20.0 Backing gas composition : Ar 99.99% Flow Rate (l/min) : 8.0-12.0 Other : Backing gas to be maintained for min 2 layers																																	
Filler metals:(AWS-ASTM/Class) <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Layers</th> <th>Root</th> <th>Fill</th> <th>Cap</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Class</td> <td>ER2209</td> <td>E2209</td> <td>E2209</td> </tr> <tr> <td>Diameter(mm)</td> <td>2.0-2.4</td> <td>3.25</td> <td>3.25</td> </tr> </tbody> </table>		Layers	Root	Fill	Cap	Class	ER2209	E2209	E2209	Diameter(mm)	2.0-2.4	3.25	3.25	Adjustment : Method of adjustment : By external clamp or tack weld Duration of adjustment : Until the end of the root pass.																					
Layers	Root	Fill	Cap																																
Class	ER2209	E2209	E2209																																
Diameter(mm)	2.0-2.4	3.25	3.25																																
Flux : AWS Class N/A Other :																																			

GTP	Welding Procedure Specification	Page 2/2																																												
Welding position : <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Passes</th> <th>Root</th> <th>Fill</th> <th>Cap</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>ASME Position</td> <td>All</td> <td>All</td> <td>All</td> </tr> <tr> <td>Rotation or fix</td> <td>Fix</td> <td>Fix</td> <td>Fix</td> </tr> <tr> <td>Welding process</td> <td>Up Hill</td> <td>Up Hill</td> <td>Up Hill</td> </tr> </tbody> </table>		Passes	Root	Fill	Cap	ASME Position	All	All	All	Rotation or fix	Fix	Fix	Fix	Welding process	Up Hill	Up Hill	Up Hill	Preheat : <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Base metal</th> <th colspan="2">Wall thickness</th> </tr> <tr> <th> </th> <th> </th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table>	Base metal	Wall thickness																										
Passes	Root	Fill	Cap																																											
ASME Position	All	All	All																																											
Rotation or fix	Fix	Fix	Fix																																											
Welding process	Up Hill	Up Hill	Up Hill																																											
Base metal	Wall thickness																																													
Other : Electrical characteristics & Technique <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Passes</th> <th>Root</th> <th>Fill</th> <th>Cap</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Welding Processes</td> <td>GTAW</td> <td>SMAW</td> <td>SMAW</td> </tr> <tr> <td>Welding Position</td> <td>All</td> <td>All</td> <td>All</td> </tr> <tr> <td>Current and polarity</td> <td>DC(-)</td> <td>DC(+)</td> <td>DC(+)</td> </tr> <tr> <td>Filler metal</td> <td>ER2209</td> <td>E2209</td> <td>E2209</td> </tr> <tr> <td>Φ Electrode (mm)</td> <td>Tungsten 2.4</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Φ Rod (mm)</td> <td>2.0-2.4</td> <td>3.25</td> <td>3.25</td> </tr> <tr> <td>Amperage range (A)</td> <td>100-135</td> <td>80-110</td> <td>80-110</td> </tr> <tr> <td>Volt range (V)</td> <td>11-18</td> <td>11-18</td> <td>11-18</td> </tr> <tr> <td>Gas</td> <td>Ar 99.99%</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Flow Rate (L/min)</td> <td>10-20</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table>		Passes	Root	Fill	Cap	Welding Processes	GTAW	SMAW	SMAW	Welding Position	All	All	All	Current and polarity	DC(-)	DC(+)	DC(+)	Filler metal	ER2209	E2209	E2209	Φ Electrode (mm)	Tungsten 2.4	-	-	Φ Rod (mm)	2.0-2.4	3.25	3.25	Amperage range (A)	100-135	80-110	80-110	Volt range (V)	11-18	11-18	11-18	Gas	Ar 99.99%	-	-	Flow Rate (L/min)	10-20	-	-	Method : Control : Other :
Passes	Root	Fill	Cap																																											
Welding Processes	GTAW	SMAW	SMAW																																											
Welding Position	All	All	All																																											
Current and polarity	DC(-)	DC(+)	DC(+)																																											
Filler metal	ER2209	E2209	E2209																																											
Φ Electrode (mm)	Tungsten 2.4	-	-																																											
Φ Rod (mm)	2.0-2.4	3.25	3.25																																											
Amperage range (A)	100-135	80-110	80-110																																											
Volt range (V)	11-18	11-18	11-18																																											
Gas	Ar 99.99%	-	-																																											
Flow Rate (L/min)	10-20	-	-																																											
Interpasses temperature Between the root and the second passes Temperature : 150°C Between other passes : Temperature : 150°C Other :		Postweld heat treatment Heating rate: Holding temperature/time: Duration: Cooling rate: Cooling temperature Controlled until: Material: Other :																																												

Annexe 2/2

Conditions des essais

Solution : NaCl 0.3% : solution neutre et aérée

Surface exposée : 1,5 cm²

Electrode de référence : Calomel saturé (ECS) ayant un potentiel standard de 244mV/ENH

Contre électrode : platine

Vitesse de balayage de potentiel : 2.5 mV/sec (150mV/min)

Potentiel de début : -1000 mV/ECS

Potentiel de fin : 500 mV/ECS

% Résultats des essais de polarisation dans NaCl 0.3% avant immersion :

<i>Echantillon</i>	E_{corr} (mV/ECS)	i_{corr} ($\mu\text{m}/\text{cm}^2$)	V_{corr} ($\mu\text{m}/\text{an}$)	<i>bc</i>	<i>ba</i>	<i>Rp</i> <i>kohm</i>
2205_référence	-438,3	0,6797	8,113	-66,0	83,4	17,82
2205_1050 10	-472,8	1,1295	13,48	-68,4	79,7	10,66
2205_1050 30	-377,7	0,4715	5,628	-59,9	86,5	5,628
2205_1050 50	-412,5	0,8445	10,08	-72,3	85,7	16,45
2205_1200 10	-344,8	0,325	3,879	-63,6	82,6	37,02
2205_1200 30	-422,7	0,798	9,526	-67,7	94	16,18
2205_1200 50	-225,5	20,4848	244,5	-68,8	63,2	486,13

Résultats des essais de polarisation dans NaCl 0.3% après immersion :

<i>Echantillon</i>	E_{corr} (mV/ECS)	i_{corr} ($\mu\text{m}/\text{cm}^2$)	V_{corr} ($\mu\text{m}/\text{an}$)	<i>bc</i>	<i>ba</i>	R_p <i>kohm</i>
2205_1050 10	-518,7	0,5855	6,989	-69,3	67,7	20,47
2205_1050 30	-439,7	1,5724	18,77	-72,8	79,9	8,05
2205_1050 50	-538,7	1,5865	18,93	-72,7	74,2	7,51
2205_1200 10	-473,1	1,325	15,82	-62,1	75 ,2	8,09
2205_1200 30	-458,4	0,8595	10,26	-67,1	81,6	13,74
2205_1200 50	-587,2	4,1086	49,04	-71,2	72,4	2,84